

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ

“КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ

ІМЕНІ ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО”

Інженерно-хімічний факультет

Кафедра машин та апаратів хімічних і нафтопереробних виробництв

«До захисту допущено»

Завідувач кафедри МАХНВ

_____ Я. М. Корнієнко
(підпис)

“ ” _____ 20__ р.

ДИПЛОМНИЙ ПРОЕКТ

на здобуття ступеня бакалавра

за напрямом підготовки: 13 – Машинобудування

спеціальність: 133 – Галузеве машинобудування

спеціалізація: Інжиніринг, обладнання та технології хімічних та нафтопереробних виробництв

на тему: Модернізація ректифікаційної колони установки виробництва гліколю

Виконав студент IV курсу, групи ЛН-51

Керівник проекту	Рудницький Богдан Анатолійович ктн. ст. викл. Я.Г.Двойнос (посада, вчене звання, науковий ступінь, прізвище та ініціали)	_____ (підпис)
Консультанти: з охорони праці	канд. техн. наук, доцент І. М. Ковтун (посада, вчене звання, науковий ступінь, прізвище та ініціали)	_____ (підпис)
з економіки	асистент, канд. техн. наук, С. С. Гайдай (посада, вчене звання, науковий ступінь, прізвище та ініціали)	_____ (підпис)
Рецензент:	_____ (посада, вчене звання, науковий ступінь, прізвище та ініціали)	_____ (підпис)

Засвідчую, що у цьому дипломному проекті немає запозичень з праць інших авторів без відповідних посилань.

Студент _____ Рудницький Б.А.

Київ – 2019

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
“КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ
ІМЕНІ ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО”

Інженерно-хімічний факультет

Кафедра машин та апаратів хімічних і нафтопереробних виробництв

Освітній ступінь: бакалавр

Напрямок підготовки: 13 – Машинобудування

Спеціальність: 133 – Галузеве машинобудування

Спеціалізація: Інжиніринг, обладнання та технології хімічних та нафтопереробних виробництв

ЗАТВЕРДЖУЮ

Завідувач кафедри

_____ Я. М. Корнієнко

“__” _____ 20__ р.

ЗАВДАННЯ

на дипломний проект студенту

Рудницькому Богдану Анатолійовичу

1. Тема проекту: Модернізація ректифікаційної колони установки виробництва гліколю.

Керівник проекту кандидат технічних наук, старший викладач Двойнос Я.Г.

Затверджена наказом по університету від “__” _____ 20__ р. № _____

2. Термін подання студентом проекту: 1 червня 2019р.

3. Вихідні дані до проекту: суміш етиленгліколь-вода, масова продуктивність за вихідною сумішшю $L_p - 0,52$ кг/с; масова частка НКК (вода) у початковій суміші $\bar{x}_F - 0,2$; масова частка НКК (вода) у дистилаті $\bar{x}_D - 0,995$; масова частка НКК (вода) у кубовому залишку $\bar{x}_W - 0,001$; тип ректифікаційної колони – тарілчаста; тиск у колоні – $1,064 \cdot 10^5$ Па.

4. Зміст пояснювальної записки: а) основна частина розглянути існуючі конструкції ректифікаційних колон, обґрунтувати вибір конструкції апарата; проаналізувати обрану конструкцію в порівнянні з кращими вітчизняними та світовими аналогами; здійснити розрахунки, що підтверджують працездатність та надійність конструкції: параметричний, конструктивний та гідравлічний, розрахунки на міцність і надійність елементів конструкції апарату; виконати складальне креслення ректифікаційної колони та його основних складальних одиниць і деталей; б) розробити рекомендації до монтажу та експлуатації ректифікаційної колони; здійснити оцінку рівня стандартизації та уніфікації розробки. в) охорона праці: провести аналіз відповідності апарату до вимог охорони праці, викласти основні вимоги безпечної експлуатації апарата.

5. Перелік графічного матеріалу (із зазначенням обов’язкових креслеників, плакатів, презентацій тощо): технологічна схема установки – А1, кресленик складальний ректифікаційної колони – А1, тарілка – А2, опора – А2, верхня кришка – А2, нижня царга – А2, ілюстрація до технічної ідеї патенту – А2.

6. Консультанти розділів проекту:

Розділ	Прізвище, ініціали та посада консультанта	Підпис, дата	
		завдання видав	завдання прийняв
Охорона праці	Ковтун І. М.		
Економіка	Гайдай С. С.		

7. Дата видачі завдання: 15 квітня 2019 р.

КАЛЕНДАРНИЙ ПЛАН

№ з/п	Назва етапів роботи та питань, які мають бути розроблені відповідно до завдання	Терміни виконання	Позначки керівника про виконання завдань
1	2	3	4
1	Узгодження теми, вихідних даних, визначення джерел інформації. Обґрунтування актуальності проекту.	18.09.18	
2	Патентне дослідження. Формування змісту модернізації (на основі зміни технологічної схеми, конструкції апарату, його елементів).	01.11.18	
3	Оформлення та подання заявки на корисну модель	16.11.18	
4	Опис установки. Схема установки. Вибір і опис конструкції ректифікаційної колони. Технічна характеристика установки, апарату. Добір матеріалів.	12.12.18	
5	Параметричний розрахунок: визначення основних розмірів апарату. Розрахунок гідравлічного опору апарату	13.03.19	
6	Розробка складальних креслень апарату і його складальних одиниць. Добір конструктивних параметрів конструктивних елементів апарату	20.03.19	
7	Розрахунки на міцність.	15.04.19	
8	Уточнення графічної частини проекту та специфікацій	25.04.19	
9	Обґрунтування економічної доцільності модернізації	13.05.19	
10	Розробка вимог до апарата з питань охорони праці	15.05.19	

1	2	3	4
11	Оформлення пояснювальної записки. Перевірка відповідності проекту діючим нормам за змістом	17.05.19	

	і оформленням. Підготовка до захисту. Складення плану викладення доповіді, окремих питань		
12	Попередній захист проекту	03.06.19	
13	Корегування проекту за результатами попереднього захисту. Отримання рецензії, відзиву. Підготовка до захисту	04.06.19	

Студент

_____ Б. А. Рудницький
(підпис)

Керівник дипломного проекту

_____ Я. Г. Двойнос
(підпис)

РЕФЕРАТ

УДК 664.3

Дипломний проект бакалавра на тему «Модернізація ректифікаційної колони установки виробництва гліколю.» / Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут ім. Ігоря Сікорського»; Керівник Я.Г.Двойнос – К., 2019. – 90 с.: іл. – Викон. Б.А.Рудницький – Бібліогр.: с. 119.

Пояснювальна записка складається зі вступу, шести розділів, висновків і списку посилань з 17 найменувань. Загальний обсяг записки становить 80 сторінку основного тексту, 44 рисунки, 15 таблиць.

Мета проекту – модернізація тунельно ковпачкової тарілки ректифікаційної колони, з метою більш повного використання площі тарілки, та спрощення її конструкції.

Записка містить опис технологічного процесу, вибір типу ректифікаційної колони та її місце в технологічній схемі, технічну характеристику апарата, обґрунтування вибору конструкції апарата, що проектується і принцип дії її основних складальних одиниць та деталей, порівняння основних показників розробленої конструкції з аналогами, патентне дослідження конструкцій апарата. Наведено заходи, щодо охорони праці. Проведено модернізацію установки та визначено очікувані техніко – економічні показники від впровадження модернізації. Проведена модернізація, збільшилась годинна продуктивність, річна продуктивність виходу кінцевого продукту, зменшилось використання електроенергії. Зазначена модернізація може бути рекомендована для впровадження у виробництво. Визначено рівень стандартизації та уніфікації. Розроблено автоматичну схему керуванням процесом.

ГЛІКОЛЬ, РЕКТИФІКАЦІЙНА КОЛОНА, ТЕМПЕРАТУРНИЙ РЕЖИМ, ПОВЕРХНЯ ТЕПЛООБМІНУ.

РЕФЕРАТ

УДК 664.3

Дипломный проект бакалавра на тему «Модернизация ректификационной колонны установки производства гликоля.» / Национальный технический университет Украины «Киевский политехнический институт им. Игоря Сикорского» Руководитель Я.Г.Двойнос - М., 2019. - 90 с .: ил. - Вискон. Б.А.Рудницкий - Библиогр .: с. 119.

Пояснительная записка состоит из введения, шести глав, заключения и списка ссылок из 17 наименований. Общий объем записки составляет 80 страницу основного текста, 44 рисунка, 15 таблиц.

Цель проекта – модернизация туннельно колпачковая тарелки ректификационной колонны, с целью более полного использования площади тарелки, и упрощения ее конструкции.

Записка содержит описание технологического процесса, выбор типа ректификационной колонны и ее место в технологической схеме, техническую характеристику аппарата, обоснование выбора конструкции аппарата, проектируемых и принцип действия ее основных сборочных единиц и деталей, сравнение основных показателей разработанной конструкции с аналогами, патентное исследование конструкций аппарата . Приведены мероприятия по охране труда. Проведена модернизация установки и определены ожидаемые технико - экономические показатели от внедрения модернизации. Проведена модернизация, увеличилась часовая производительность, годовая производительность выхода конечного продукта, уменьшилось потребление электроэнергии. Указанная модернизация может быть рекомендована для внедрения в производство. Определен уровень стандартизации и унификации. Разработан автоматическую схему управлением процессом.

ГЛИКОЛЬ, РЕКТИФИКАЦИОННАЯ КОЛОНА, ТЕМПЕРАТУРНЫЙ РЕЖИМ, ПОВЕРХНОСТЬ ТЕПЛООБМЕН.

ABSTRACT

UDC 664.3

Diploma project of the bachelor's degree on the theme "Modernization of the distillation column of the glycol production plant" / NTUU "KPI"; Head Y.G. Dvinos - K., 2019. - 80 s. : il. - Vicon. B. A. Rudnitsky - Bibliographer: p. 155

The explanatory note consists of an introduction, six sections, conclusions and a list of references from 17 titles. The total volume of the note is 80 pages of the main text, 44 figures, 15 tables.

The purpose of the project is to modernize the tunnel plate of the distillation column, in order to more fully utilize the area of the dish, and to simplify its design.

The note contains the description of the technological process, the choice of the type of the distillation column and its place in the technological scheme, the technical characteristics of the apparatus, the justification of the choice of design of the device and the principle of its main assembly units and parts, the comparison of the main indicators of the design with the analogues, the patent research structures of the apparatus. The measures on occupational safety are outlined. The modernization of the plant was carried out and the expected technical and economic indicators from the introduction of modernization were determined. Modernization has been carried out, hourly productivity has increased, annual productivity of output of the final product has decreased, the use of electricity has decreased. The said upgrades may be recommended for introduction into production. Levels of standardization and unification are determined. An automatic process control scheme is developed.

GLICOL, RECTIFICATION COLUMN, TEMPERATURE MODE, HEAT EXCHANGED SURFACE.

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
“КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ
ІМЕНІ ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО”
Інженерно-хімічний факультет
Кафедра машин та апаратів хімічних і нафтопереробних виробництв

ПОЯСНЮВАЛЬНА ЗАПИСКА
ДО ДИПЛОМНОГО ПРОЕКТУ
на здобуття ступеня бакалавра

за напрямом підготовки: 13 – Машинобудування

спеціальність: 133 – Галузеве машинобудування

спеціалізація: Інжиніринг, обладнання та технології хімічних та нафтопереробних виробництв

на тему: Модернізація ректифікаційної колони установки виробництва гліколю

Вступ

1 Призначення та область використання ректифікаційного відділення для одержування етиленгліколю

1.1 Опис технологічного процесу ректифікації етиленгліколю

1.2 Вибір типу ректифікаційної колони і її місце в технологічній схемі

2 Технічна характеристика ректифікаційної колони

3 Опис та обґрунтування обраної конструкції апаратів

3.1 Опис конструкції, основних складальних одиниць та деталей ректифікаційної колони

3.2 Вибір матеріалів елементів конструкції апарата

3.3 Порівняння основних показників розробленої конструкції з аналогами

3.4 Патентний огляд конструкцій ректифікаційних колон.

5. Розрахунки, що підтверджують працездатність та надійність конструкції

5.1 Розрахунок ректифікаційної колони

6. Рекомендації, щодо монтажу та експлуатації

7 Рівень стандартизації та уніфікації

8 Техніко-економічне обґрунтування модернізації

8.1 Техніко-економічне обґрунтування доцільності вдосконалення

8.2 Розрахунки витрат на проведення проектно-конструкторських робіт по вдосконаленню ректифікаційної колони

Висновки

Выводы

Conclusions

Перелік посилань

					ЛН-51.066231.001ПЗ			
Зм.	Лист	№ докум.	Підпис	Дата				
Разроб.	Модернізація ректифікаційної колони установки виробництва гліколю.	Рудницький			Літ	Лист	Листів	
Перев.	Двойнос					9		
Н.Контр.					КПІ ім. Ігоря Сікорського» ІХФ, каф. МА			
Затв.								

Перелік скорочень, умовних позначень та термінів

Умовні позначення:

S —площа м^2 ;

V —об'єм м^3 ;

L —висота;

m —маса кг;

h — висота, м;

c — прибавка до розрахункової товщини, м;

D, d — діаметри, м;

N — потужність, Вт;

— швидкість,

G — масова витрата,

P — тиск, Па;

T — температура, К;

ρ — густина,

ν — кінематичний коефіцієнт в'язкості, ;

— мольна концентрація,

— коефіцієнт тепловіддачі,

K — коефіцієнт теплопередачі,

Критерії:

Nu — критерій Нуссельта;

Re — критерій Рейнольдса;

Pr — критерій Прандтля.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Вступ

Етиленгліколь – двоатомний спирт для високоякісних антифризів, найпростіший представник поліолів. У очищеному вигляді це прозора масляниста консистенція. Вона використовується в багатьох галузях промисловості, як компонент автомобільних антифризів і гальмівних рідин, як компонент крему для взуття, при виробництві конденсаторів, у виробництві целофану, поліуретанів і ряду інших полімерів, та різних синтезів.

В промисловості виготовляється етиленгліколь, діетиленгліколь та триетиленгліколь.

Низька собівартість даного багатоатомного спирту, його особливі хімічні та фізичні властивості (густина та інші) стали вирішальними факторами в його широкому використанні в різних технічних сферах, в автомобілебудуванні, як антифриз, гальмівна рідина, та в якості доброго теплоносія. Друга основна область застосування етингліколю є виготовлення полімерів: целофан, поліуретан, а також він використовується в виробництві нітрогліколя – потужної вибухової речовини. Ставиться завдання покращити якісні показники етиленгліколю та підвищити ефективність переробки. В умовах сучасної ринкової економіки, необхідно постійно підтримувати випуск продукції на найвищому рівні, тому розробка устаткування для виробництва цієї органічної сполуки, що відповідає сучасним вимогам, є актуальною і важливою задачею.

Метою даної роботи є розробка тарілчастої ректифікаційної колони.

В основу корисної моделі покладено задачу вдосконалити тунельну ковпачкову тарілку масообмінного апарату з метою більш повного використання площі тарілки, та спрощення її конструкції.

Для досягнення цієї мети, поставлено такі задачі:

– на основі аналізу патентних документів здійснити вибір найприйнятнішої конструкції апаратів та їх контактних елементів;

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

- здійснити технологічні розрахунки для визначення конструктивних розмірів апаратів;
- здійснити гідравлічні розрахунки;
- здійснити розрахунки на міцність і жорсткість основних елементів;
- дати рекомендації щодо виготовлення, монтажу та експлуатації;
- визначити рівень стандартизації та уніфікації.

Апарат розміщується у закритому приміщенні, отже на нього не діють вітрові навантаження.

Завдання на проектування видано 1 вересня 2018 року.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

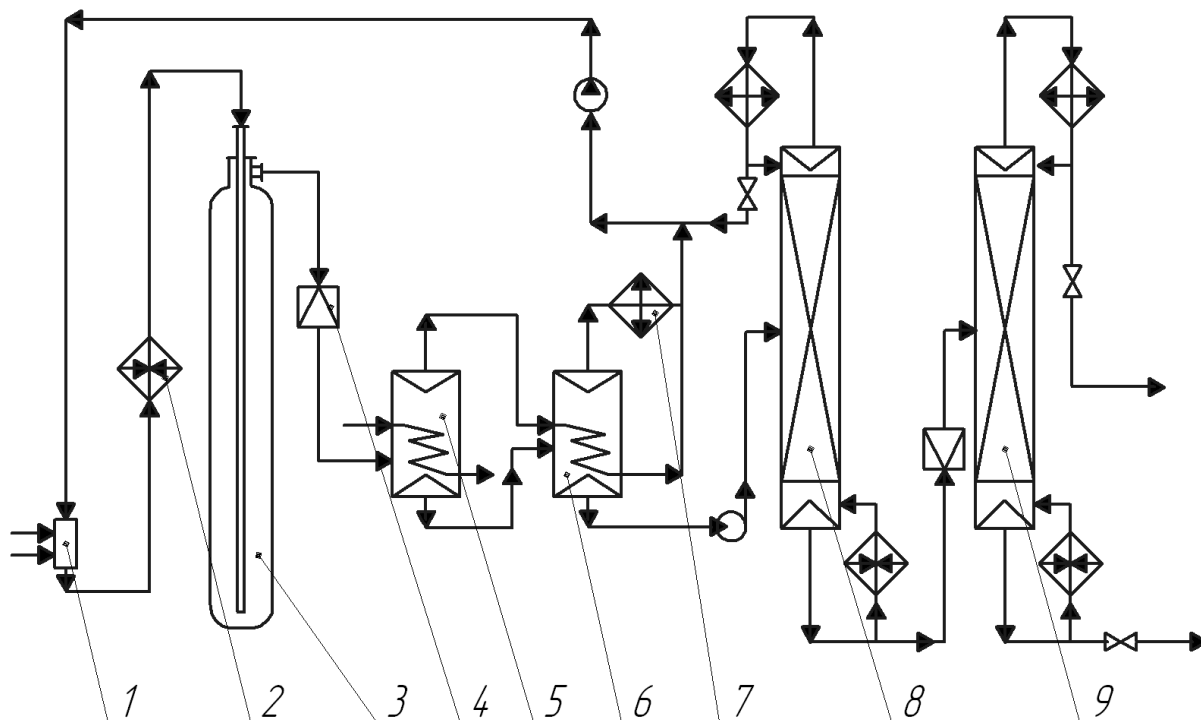
ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

1 Призначення та область використання ректифікаційного відділення для одержування етиленгліколю

1.1 Опис технологічного процесу ректифікації етиленгліколю

Технологічна схема отримання етиленгліколю гідратацією окису етилену зображено на рисунку 1.1.



1 – змішувач; 2 – паровий підігрівач; 3 – реактор адіабатичного типу; 4 – пристрій дроселювання; 5, 6 – випарні апарати; 7 – конденсатор; 8 – ректифікаційна колона; 9 – вакуумна ректифікаційна колона

Рисунок 1.1 – Технологічна схема отримання етиленгліколю гідратацією окису етилену

Суміш етиленоксиду подають під тиском в змішувач 1, а потім вона переходить в паровий підігрівач 2. Там суміш нагрівається до 130-150 °С і надходить в реактор 3. Спочатку суміш проходить по центральній трубці апарата і додатково підігрівається гарячою реакційною масою, яка знаходиться в об'ємі реактора, де утворюється продукт. На виході з реактора рідину,

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

нагріту до 200°C, дроселюють до атмосферного тиску, при цьому частина води випаровується, а рідина охолоджується до 105–110°C.

Суміш поступає в апарат 4, який є першою сходинкою багатокорпусної випарної установки; наступні її сходинки працюють при більш глибокому вакуумі (аж до 133 Па) і нагрівається за рахунок пари з попередньої стадії.

Кубову рідину для відділення залишків води, яка виходить з апарату 5, піддають ректифікації в вакуумній колоні 8, причому всі водневі конденсати об'єднують і повертають на виготовлення первинної суміші і потім на реакцію. Суміш гліколів із колони 8 поступає на вакуумну колону 9, де відганяється достатньо чистий етиленгліколь, а в кубі залишається суміш діетиленгліколю і три-етиленгліколю. Ці продукти також мають велику цінність, їх також розділяють на додатковій вакуумно-ректифікаційній колоні.

1.2 Вибір типу ректифікаційної колони і її місце в технологічній схемі

Для виробництва етиленгліколю в хімічній промисловості переважно використовують процес ректифікації, який здійснюють у колонних апаратах тарілчастого і насадкового типу.

Для отримання етиленгліколю, при заданих параметрах, згідно із завданням на проектування, найкраще підходить тарілчаста колона.

Тарілчасті колони складають основну групу масообмінних апаратів. Це вертикальний циліндр, по висоті якого розташовані спеціальні контактні пристрої – тарілки, які дозволяють створити щільний контакт між парою, що піднімається вгору по колоні, та стікаючою вниз рідиною. Корпуси апаратів великого діаметру () та тих, що працюють при великих тисках, виконують суцільнозварними. Якщо розрахунковий тиск в колоні не перевищує 1,6 МПа, апарати діаметром 0,4 – 1,2 м виконують з окремих царг.

В хімічній та харчовій промисловостях використовують велике різноманіття контактних тарілок, основними типами яких є провальні, сітчасті,

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

пластинчаті, ковпачкові, клапанні тарілки. Для даного апарату доцільно вибрати тунельно ковпачкові тарілки, що мають високий ККД, працюють в широких діапазонах продуктивності по газу, прості в експлуатації та є універсальними.

Ректифікаційна колона живиться частиною суміші етиленгліколю (епюратор), що вводиться в неї при температурі, близькій до температури його кипіння. Колона забезпечується конденсатором, в якому проходить конденсація всього парового потоку. Із конденсату відбирається етиленгліколь.

Ректифікаційні колони для ректифікації етиленгліколю, як правило, мають 71 – 74 (а в деяких випадках і 80) багатоконвпачкових, або клапанних тарілок. Обігріваються відкритою, або закритою парою.

Обираємо тарілчасту тунельно ковпачкову ректифікаційну колону безперервної дії.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

2 Технічна характеристика ректифікаційної колони

Призначення – одержування етиленгліколю з суміші: води, оксиду етилену, оборотного конденсату.

Таблиця 2.1 – Технічна характеристика ректифікаційної колони

Параметри, розміри	Розмірність	Значення
Масова продуктивність колони за вихідною сумішшю	кг/с	0,52
Масова частка етиленгліколю у початковій суміші	%	40
Масова частка етиленгліколю у дистиляті	%	40
Масова частка етанолу у кубовому залишку	%	90
Тиск у колоні	МПа	0,1
Діаметр верхньої частини колони	м	1,2
Діаметр нижньої частини колони	м	1,2
Тип ректифікаційної колони		тарілчаста
Тип масообмінної тарілки		ковпачков а
Загальна кількість тарілок	шт.	36
Кількість тарілок у верхній частині	шт.	24
Кількість тарілок у нижній частині	шт.	12
Висота колони	м	9,47
Температура початкової суміші	К	374

Середовище в апараті

токсичне, корозійне;

Матеріал деталей, що стикається з сумішшю сталь 20Х13;

Матеріал прокладок азбест, пароніт.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

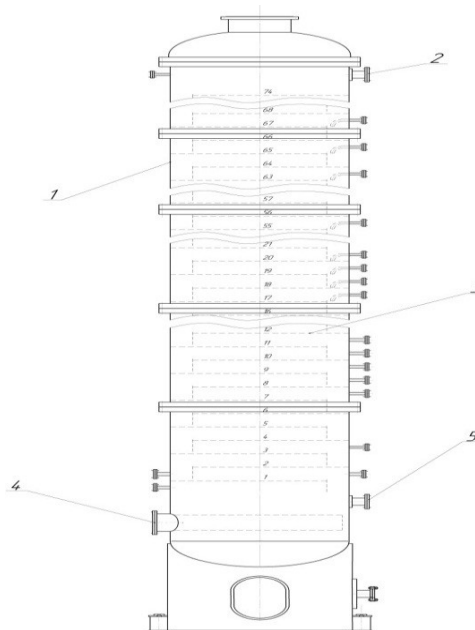
3 Опис та обґрунтування обраної конструкції апаратів

3.1 Опис конструкції, основних складальних одиниць та деталей ректифікаційної колони

Для розділення суміші: води, оксиду етилену, оборотного конденсату на компоненти, використовується ректифікаційна колона, конструктивна схема якої наведена на рисунку 3.1.

Ректифікаційна колона має наступний склад: корпус 1, усередині якого розташовано масообмінні тарілки тунельно ковпачкового типу 3. У нижню частину колони подається пара, яка підіймається знизу до верху, а зверху донизу стікає рідина, що подається у вигляді флегми.

Отже, нижня частина колони зрошується початковою сумішшю, а верхня – флегмою. Частина колони, куди подається початкова суміш, називається секцією живлення.



1 – корпус колони; 2 – вхід флегми;

3 – тарілка ковпачкова; 4 – вхід пари; 5 – вихід кубового залишку.

Рисунок 3.1 – Конструктивна схема ректифікаційної колони

Вихідна суміш (епюрат), що розділяється в колоні, від епюраційної колони надходить на тарілку живлення до ректифікаційної колони, де змішується з

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

флегмою, що стікає з верхньої частини. Стікаючи донизу, рідина взаємодіє з парою, що утворюється при кипінні кубового залишку в кубі.

3.2 Вибір матеріалів елементів конструкції апарата

Царги і тарілки ректифікаційних колон, що працюють при атмосферному тиску, зазвичай, виготовляють із мідного листа – оскільки в технології виробництва етиленгліколю ставляться підвищені вимоги до чистоти сировини. Але в наш час, колони виготовляють із нержавіючої сталі, яка повністю відповідає технічним вимогам хімічної і харчової промисловості, але дозволяє значно зменшити фінансові витрати на конструювання апарата.

Етиленгліколь та вода є корозійно-активною речовиною, тому всі складальні одиниці та деталі, які безпосередньо контактують з етиленгліколем (царги і тарілки ректифікаційної колони, розподільчі камери, днища, трубні решітки, пучки труб, обичайки корпусів теплообмінника) виготовляємо з корозійностійкої нержавіючої сталі 20Х13 ГОСТ 5632 – 72 (сталі високолеговані і сплави корозійностійкі, жаростійкі) з межею міцності при розтягуванні 510 МПа, межею плинності [1], та нормативним допустимим напруженням [2]. Листовий прокат з цієї сталі не має обмежень щодо тиску та рекомендовано використовувати [3]:

- для діапазону температур від мінус 469 К до плюс 873 К;
- для виготовлення елементів апаратів харчової промисловості та хімічного машинобудування.

Болти, які виготовлені із вуглецевої сталі марки Ст5 (ГОСТ 380-94), використовують в виготовленні машин та апаратів з підвищеними вимогами.

Шайби, які виготовлені із сталі Ст3 (ГОСТ 380-94); межа міцності при розтягуванні повинна бути не менше 380 МПа.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Прокладки, які виготовлені із пароніту ПОН-А; прокладка такого типу використовується за температури -200 до $+400^{\circ}\text{C}$ та умовного тиску, який не перевищує $2,5$ МПа.

Опори апаратів виготовляємо з низьколегованої сталі 16ГС (ГОСТ 5520-79), що має діапазон експлуатації від 233 К до плюс 748 К [3].

3.3 Порівняння основних показників розробленої конструкції з аналогами

Мета: порівняння вже існуючих ректифікаційних колон з розробленим апаратом. Класифікація колон велика та залежить від принципу, який покладено в її основу.

В залежності від виду поверхні контакту фаз ректифікаційні колони поділяються на наступні групи :

- 1) тарілчасті ;
- 2) насадкові;

Принцип дії тарілчастих ректифікаційних колон полягає в процесі масообміну, який проходить в газорідних системах, створюваних на тарілках.

В насадкових колонах процес масообміну проходить безперервно, причому поверхня контакту фаз утворюється на поверхні шару насадки.

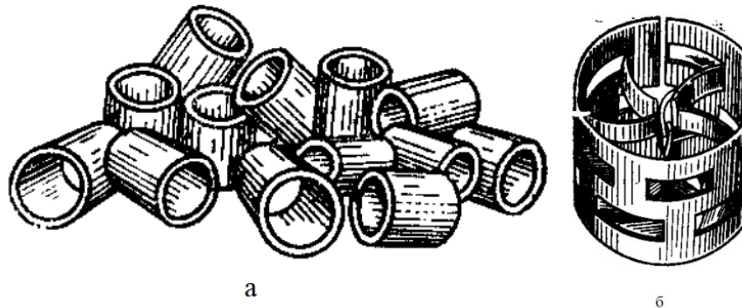
Обрана модель – ректифікаційна колона з тунельно-ковпачковими тарілками, яка дозволяє збільшити поверхню контакту фаз, та спрощує конструкцію апарату .

Порівняння проведемо з насадкою типу кільця а) Рашига $50 \times 50 \times 5$, б) кільця Паля $25 \times 25 \times 3$, рисунок 3.2, та з ректифікаційною колоною з ковпачковими тарілками, рисунок 3.3.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.



а – кільця Рашига; б – кільця Палля;

Рисунок 3.2 – Типи насадок

Порівняльні дані наведені в таблиці 3.1.



Рисунок 3.3 – Ректифікаційною колоною з ковпачковими тарілками

Таблиця 3.1 – Порівняльні характеристики апаратів

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Основні технологічні показники	Ректифікаційна колона з ковпачковими тарілками	Кільця Рашига	Кільця Паля	Апарат, що проектується
Тиск, мПа	0,1	0,1	0,1	0,1
Висота колони, м (бали)	14(3)	16(2)	14(3)	11.64(5)
Продуктивність G (бали)	0,44(4)	0,4(4)	0,5(5)	0,52(5)
Робоча температура, К	268	268	268	445
Вартість виготовлення, тис. грн..	103	98	79	65
Гідравлічний опір, Па	52000	48000	45000	21194,6
Сума балів	7	6	8	9

Висновок: обрано конструкцію ректифікаційної колони з тунельно-ковпачковими тарілками, тому що тарілка такого типу проста у виготовленні, монтажі та експлуатації, має велику площу контакту фаз.

3.4 Патентний огляд конструкцій ректифікаційних колон.

Предметом пошуку є ректифікаційна колона.

В патенті [4], рисунок 3.2 запропоновано поліпшити економічний спосіб отримання н-бутилакрилата і ізобутилакрилата. Виробничий процес також повинен бути особливо простим в реалізації і виконанні, а також бути економічним.

Відповідно, був виявлений спосіб безперервного отримання алкілакрилата $H_2C = CH-C(=O)OR$ з $R = n$ -бутилом або ізобутилом, який

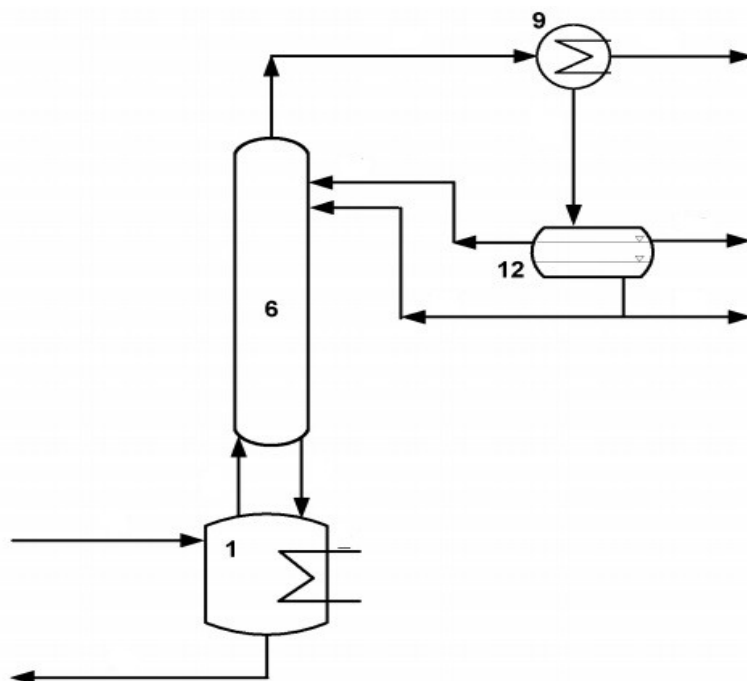
Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

відрізняється тим, що водна 3-гідроксіпропіонова кислота з дегідративним і естерифікаційним реагують умови в присутності відповідного бутанола R-OH в реакторі з ректифікаційною колоною і отриманим Acrylsäurebutylester, що не прореагували з бутанолом і з використаною і отриманою водою, відігнаною у вигляді потрібного верхнього шару азеотропна.

Після розведення на відповідну рідину і органічну фазу, водну і органічну фази відповідно щонайменше, частково видаляють і органічну фазу, що містить бутиловий ефір акрилової кислоти і бутанол, відокремлюють перегонкою.



1 – підігрівач; 6 – ректифікаційна колона; 9 – охолоджувач;

12 – розподільчий пристрій

Рисунок 3.2 – Установка отримання н-бутилакрилата і ізобутилакрилата

У патенті [5] мета винаходу полягає в тому, щоб забезпечити свого роду новий поділ C11-C25 мономера N-алкані.

Метод вуглеводневої сировини, вихідний матеріал цього методу, являє собою F-T-синтез гідратованого масла, отримання сполуки -специфічні н-алкани з використанням ректифікації, чистота продукту висока (процентний

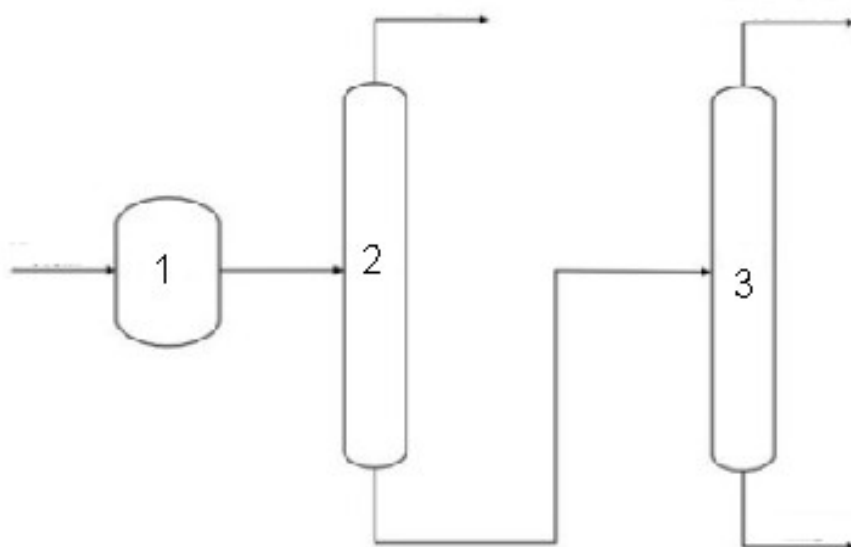
Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

склад за якістю продукту може становити до 99 мас.% Або більше). Перевага винаходу полягає в тому, що, будучи здатним до виділення позитивної структури мономера високої чистоти алкана, технічний процес не забруднює навколишнє середовище

Технологія обробки проста, а інвестиції в обладнання невеликі, гнучкість в експлуатації і технічні труднощі невеликі.



1 – підігрівач; 2 – ректифікаційна колона №1;

3 – ректифікаційна колона №1.

Рисунок 3.3 – Установка поділу C11-C25 мономера N-алкані

У патенті [6] технічне завдання представленого винаходу полягає в створенні вдосконаленого, менш енергоємного способу поділу суміші етілхлорсіланов.

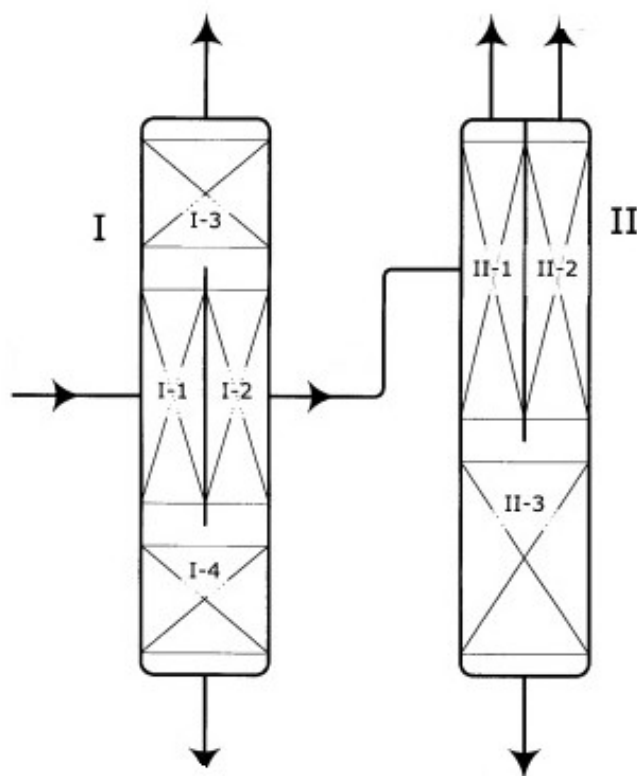
Технічний результат заявленого винаходу полягає в зниженні загальних енергетичних витрати на розділення суміші не менше ніж на 25% за рахунок удосконалення простору колон, здійснюваного за допомогою внутрішніх розділяючих стінок, і організації внутрішніх термодинамічно пов'язаних потоків. Використання запропонованого способу поділу суміші етілхлорсіланов забезпечує високу ступінь чистоти індивідуальних цільових

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

продуктів, при цьому дозволяє знизити загальні енергетичні витрати на розділення суміші не менше, ніж на 25%. Зменшення вдвічі числа ректифікаційних колон дозволяє в два рази скоротити число одиниць обладнання, які обслуговують колони (підігрів харчування, дефлегматори, кип'ятильники, флегмове ємності, флегмове насоси) і в три рази скоротити обсяг ємнісного парку, необхідний для зберігання проміжних продуктів поділу.



1 – ректифікаційна колона №1; 2 – ректифікаційна колона №1.

Рисунок 3.4 – Установка поділу суміші етилхлорсіланов

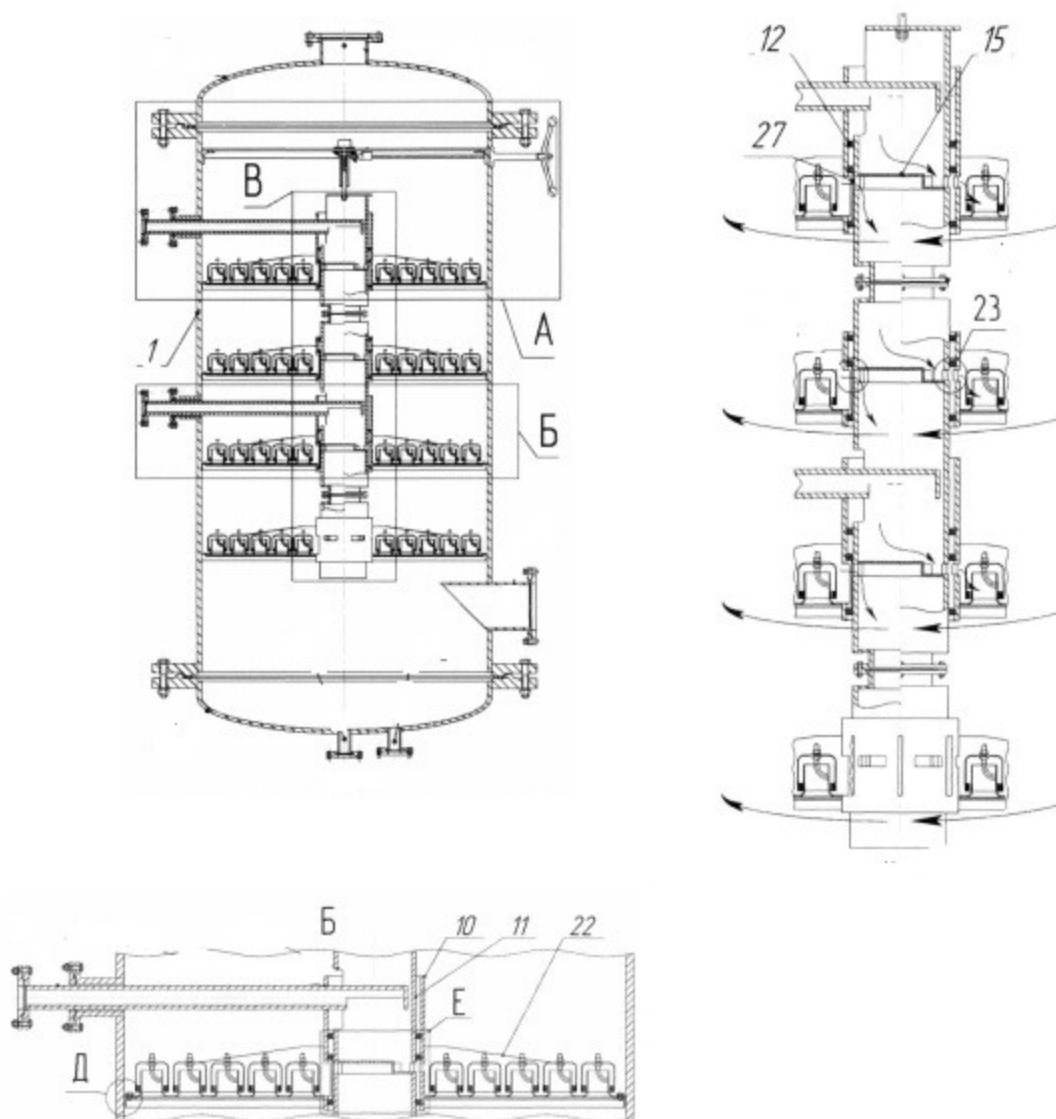
У патенті [7] поставлена задача вирішується тим, що в ректифікаційну колону впроваджується переливний пристрій, який розташовується по центру, у вигляді зовнішньої 10 та внутрішньої 11 центральних труб, розташованих концентрично. В зовнішній 10 та внутрішній 11 центральних трубах виконано отвори 23, які центруються у вертикальних площинах, які проходять через вісь апарата та відділені направляючими ребрами 22, одне з яких продовжено до корпусу 1 та 35 з'єднано з ним прокладкою 25, які приварено до зовнішньої

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

труби 10, яка приварена до основи тарілки 19. Зазор між трубами забезпечується прокладками 12, які укладаються в кільцеву проточку зовнішньої труби 10. Для відділення рідини, яка заповнює тарілку від рідини, яка зливається з неї, у внутрішній трубі 11 приварено днища зі стінками 15 заокругленої форми з отворами 28, а між прокладками 12 укладається прокладка 27 в паз між кільцевими проточками.



1 – корпус; 10 – зовнішня труба; 11 – внутрішня труба;
 12 – прокладка; 15 – днище зі стінками; 22 – направляючі ребра;
 23 – отвори в центральних трубах; 27 – прокладка.

Рисунок 3.5 – Ректифікаційна колона

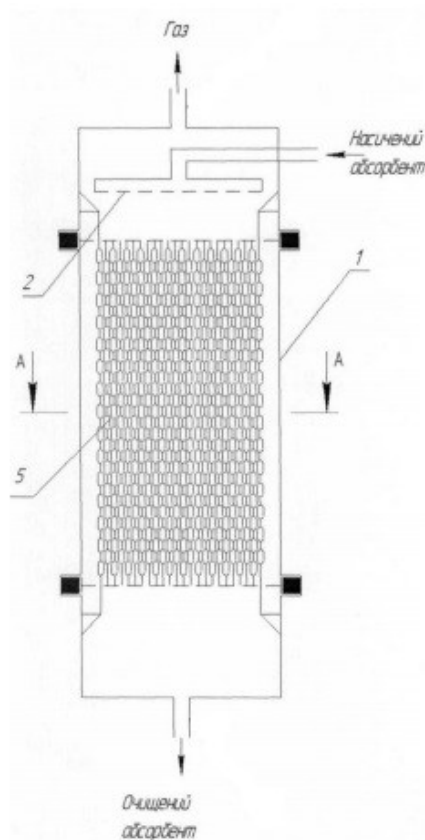
Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

У патенті [8] в основу корисної моделі поставлена задача збільшення питомої поверхні насадки. Поставлена задача вирішується тим, що у насадковому масообмінному апараті, що містить корпус, розподільник рідини, штуцер для відведення рідини, штуцер для введення і відведення газу, заповнений насадкою, що складається з вертикально підвішених ланцюгів, розміщених

концентрично, згідно з корисною моделлю, ланцюги з'єднані між собою поперечними ланками. Таке виконання дозволяє збільшити питому поверхню насадки.



1 – корпус; 2 – розподільчий пристрій; 5 – насадка.

Рисунок 3.6 – Ректифікаційна колона

Висновок: в результаті патентного пошуку серед розглянутих патентів аналогічних конструкцій не знайдено. В запропонованій конструкції апарата не використовуються технічні рішення захищені правами інтелектуальної власності, а отже апарат є патентно чистим. Регламент патентного пошуку

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

наведено в Додатку А.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

4 Охорона праці та безпека в надзвичайних ситуаціях

Згідно з законом про охорону праці, на все нове обладнання та технологічні процеси необхідно розробити безпечні умови праці при експлуатації та виключити похідні шкідливості та небезпеки для працюючих.

Безпечна організація виробничих процесів та праці, в даний час має особливе значення на підприємствах хімічної промисловості, так як на таких підприємствах широко використовуються різні отруйні, вибухонебезпечні та вогненебезпечні та вибухонебезпечні речовини. В останніх рішеннях та постановах уряду України, які стосуються питання охорони праці, зазначається на неприпустимо високий рівень нещасних випадків на виробництві, у порівнянні з іншими розвиненими галузями промисловості.

Уведення науково обґрунтованих правил і вимог з охорони праці приводить до підвищення безпеки обслуговування устаткування й у той же час до зниження аварійності, до підвищення надійності апаратів і механізмів і до збільшення їхнього робочого ресурсу. Таким чином, правила є одним з важливих засобів росту виробничої праці на підприємстві при одночасній оптимізації умов праці.

Тема дипломного проекту – модернізація установки одержання етиленгліколю з розробкою ректифікаційної колони.

Обслуговування апаратів у браго-ректифікаційному відділенні здійснюється безперервно і цілодобово у 2 зміни – одним оператором (за зміну) – фахівцем, що пройшов інструктаж та склав відповідний кваліфікаційний іспит. Обслуговування ректифікаційної установки відбувається безпосередньо в приміщенні цеху. $S=70 \text{ м}^2$; $V=294 \text{ м}^3$.

При обслуговуванні ректифікаційної установки необхідно мати на увазі, що етиленгліколь є легкозаймистою рідиною. Тому при веденні технологічного процесу необхідно чітко слідкувати за технологічними параметрами процесу його відповідності технологічному регламенту.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Шкідливими і небезпечними виробничими факторами є:

- повітря робочої зони;
- враження електричним струмом;
- вплив високих температур;
- виробниче освітлення;
- пожежна небезпека та вибухонебезпека.

4.1 Повітря робочої зони

Згідно ДСН 3.3.6.042-99 «Санітарні норми мікроклімату виробничих приміщень» під мікрокліматом виробничих приміщень розуміють клімат їх внутрішнього середовища, який визначається діючими на організм людини в сполученні з температурою, вологістю, швидкістю руху повітря та тепловим випромінюванням.

Таким чином, основними параметрами мікроклімату є:

- температура повітря, °C;
- відносна вологість повітря, W % ;
- швидкість руху повітря, м/с;
- інтенсивності теплового випромінювання Вт/м².

Параметри мікроклімату можуть змінюватись в дуже широких межах та суттєво впливає на самопочуття та здоров'я працюючих, продуктивність та якість його праці.

Робота по обслуговуванню установки та ректифікаційної колони належить до робіт середньої важкості з енерговитратами людини 170 – 295 Дж/с. У відповідності з ДСН 3.3.6.042-99 у приміщенні, де встановлена установка, повинні підтримуватися наступні умови:

В теплий період року

- швидкість руху повітря не більше 0,3 м/с;
- відносна вологість не більше 60%;

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

– температура повітря 23 – 25 °С.

В холодний період року

– швидкість руху повітря не більше 0,2 м/с;

– відносна вологість не більше 60%;

– температура повітря 20 – 23 °С.

Під час виробничого процесу в повітря робочої зони можливе потрапляння речовин з загально-токсичним впливом. В робочій зоні основним шкідливим хімічним складником повітря є пари етиленгліколю. Граничнодопустимі концентрації (ГДК) у повітрі робочої зони для парів етиленгліколю – 5 мг/м³, токсична концентрація – 1,5-5 мл/кг, при якій можлива смерть

Повітря робочої зони відповідає вимогам ДСН 3.3.6.042-99. В цеху є відповідна контрольна, вимірювальна апаратура. Контроль за станом повітряного простору в приміщенні цеху та вмістом шкідливих речовин у ньому здійснюється газоаналізаторами та хімічними індикаторами, газосигналізаторами. Контроль параметрів погодних умов, а також вмісту шкідливих речовин у повітрі робочої зони ведеться працівниками аналітичної лабораторії.

З метою нормалізації повітря в приміщенні передбачені технологічні заходи:

–Герметизація технологічного устаткування.

–Передбачена місцева вентиляція приміщення де розташовано ректифікаційну колону.

У зоні роботи оператора передбачається кондиціонування повітря за допомогою сплит-систем згідно ГОСТ 12.1.005-88.

В усіх виробничих приміщеннях запроектоване парове опалення.

Оператори, безпосередньо зв'язані з обслуговуванням технологічного устаткування, забезпечуються такими засобами індивідуального захисту:

– халати робочі;

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

- костюми робочі;
- ковпаки.

Оператори зобов'язані суворо дотримуватись вимог безпеки, під час роботи, в аварійних ситуаціях та після закінчення роботи згідно «Типових інструкцій з охорони праці за професіями та видами робіт з легкозаймистими вибухонебезпечними токсичними речовинами», 1997 р., Київ

4.2 Враження електричним струмом

На розробленому апараті електричне оснащення, перемінного струму промислової частоти з глухозаземленою нейтраллю напругою 380/220 В, живиться від 3-х фазної 4-х провідної електричної мережі.

Основними причинами враження струмом є: дотик до відкритих струмопровідних неструмоведучих елементів устаткування, що виявилось під напругою внаслідок порушення ізоляції, а також поразка кроковою напругою і через електричну дугу.

З метою запобігання травм рекомендується прийняти такі міри безпеки: рубильники включення установки знаходяться у спеціальній шафі; встановлені стаціонарні огороження та деякі струмопровідні частини встановлені на недосяжні висоті, блокування у вигляді механічних та електромагнітних замків, проводи проводити в захисних металевих рукавах; на панель керування вивести сигнальні лампи індикації включення електроустаткування; вузли установки, що можуть виявитися під напругою, мають зажими для підключення занулення.

Занулення – усунення небезпеки ураження людини електричним струмом, під час пробою на корпус апарата однієї фази мережі.

Занулення установки виконується відповідно ГОСТ 12.1.030-81.

Захисне занулення застосовується у момент аварії.

					ЛН-51.066231.001ПЗ	Арк.
Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата		

Схема занулення електрообладнання у трифазній мережі зображено на рисунку 4.1.

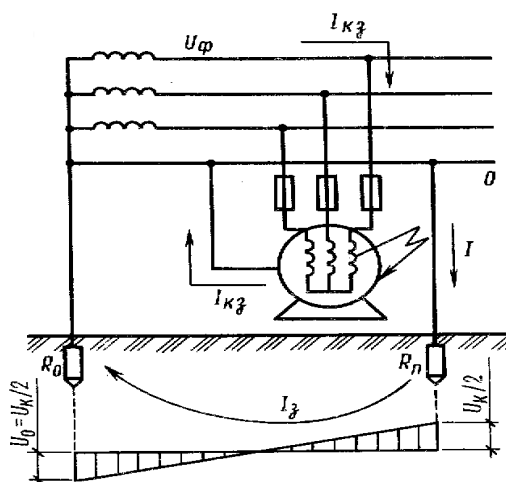


Рисунок 4.1 – Схема занулення електрообладнання у трифазній мережі

Забороняється:

- працювати з вузлами ліній, які незанулені;
- ремонтувати лінії під час увімкненої мережі;
- допускати людей до роботи, які не були проінструктовані і перевірені з питання охорони праці.

4.3 Вплив високих температур

Причинами травм може бути дотик людей до нагрітих поверхонь. Щоб уникнути травм ці поверхні покриваються шаром ізоляції. В якості ізоляційного матеріалу вибрано азбестове волокно. Зовнішня температура ізоляції не повинна перевищувати 35 °С, що відповідає СН 245-71. Температура поверхні теплоізоляції контролюється термометром за ГОСТ 2823-73.

Розрахунок товщини теплоізоляційного шару.

Оскільки температура зовнішньої поверхні корпусу ректифікаційної колони перевищує 308 К, проведемо розрахунок товщини ізоляційного шару.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Метою розрахунку теплової ізоляції є визначення товщини ізоляційного шару, який забезпечує додержання заданих виробничо-технічних вимог, що висуваються до ізоляції.

Розрахункову схему теплової ізоляції наведено на рисунку 4.2

Рисунок 4.2 – Температурна схема теплової ізоляції стінки

Вихідні дані до розрахунку:

$\lambda_i = 0,052 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$ – коефіцієнт теплопровідності скловати [9];

$T_{c2} = 410 \text{ К}$ – максимальна температура внутрішньої поверхні шару теплової ізоляції;

$\alpha_2 = 10 \text{ Вт/(м}^2\cdot\text{К)}$ – коефіцієнт тепловіддачі від зовнішньої поверхні покривного шару ізоляції (прийнято за рекомендаціями [9], для вертикальних поверхонь обладнання).

$[T_i] = 308 \text{ К}$ – допустима температура поверхні ізоляції обладнання робочої та обслуговуваної зони з металевим покривним шаром

$= 298,6 \text{ К}$ – середня максимальна температура найбільш жаркого місяця для Житомира [9].

Визначення товщини теплоізоляційного шару ведемо за допустимою температурою поверхні ізоляції і методикою, викладеною в [9].

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Якщо задано допустиму температуру поверхні ізоляції $[T_i]$ плоскої стінки, яка розділяє теплоносій з середньою температурою і навколишнє середовище з середньою температурою , товщина теплоізоляційного шар, м:

Мінімально граничну товщину ізоляції обираємо з конструктивних міркувань. За рекомендаціями [3], $\delta_i = 0,05$ м.

Висновок: температура на поверхні ізоляції ректифікаційної колони ≤ 35 °С.

4.4 Виробниче освітлення

Добре освітлення робочих місць одна з важливих вимог охорони праці. Для створення світлового комфорту на підприємствах хімічного машинобудування використовують: системне освітлення, штучне освітлення, суміщене освітлення.

Природне та штучне освітлення в приміщенні регламентується в залежності від характеру праці. Для роботи даного відділення природного освітлення не достатньо, треба застосовувати суміщене освітлення.

Застосовувані джерела штучного світла: газорозрядні лампи та лампи накаливання. Найбільш розповсюджені серед газорозрядних ламп – це люмінесцентні лампи низького тиску, потужністю 8...150 Вт.

Лампи обираються за ГОСТ 2239-79 та ГОСТ 6825-74.

Мінімальні норми освітленості.

Висота підвісу ліхтарів над підлогою можна визначити за формулою, м:

					ЛН-51.066231.001ПЗ	Арк.
Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата		

Потужність лампи розжарювання для ліхтарів загального освітлення повинна бути до , а мінімальна висота на якій закріплений ліхтар над підлогою повинна бути , залежно від технічної характеристики ліхтаря. В нашому випадку відповідає цій вимозі.

Над поверхнею де проводяться роботи висота підвісу дорівнює, м:

За табличними даними, вибираємо лампу ЛБ-40 потужністю , у кількості 30 шт. Потік світла якої дорівнює , фактична освітленість становить $E_f=250$ лк (ДБНВ 2.5.28-2006).

4.5 Пожежна безпека та вибухонебезпека

У процесі роботи ректифікаційної колони, використовуються такі речовини: етиленгліколь, пара під високим тиском.

Лінія призначена для експлуатації в пожежонебезпечних зонах класу

Пзз ПУЕ. Категорія виробництва “А” по НАПББ 0.7.005-86.

Отже, робоче середовище пожежонебезпечне за ГОСТ 12.1.004-91.

В приміщенні оператора передбачена автоматична система газового пожежогасіння.

Протипожежні заходи забезпечуються наступними проектними рішеннями:

– На шляхах евакуації всі двері не мають запорів, що перешкоджають їх відчиненню без ключа. Відкривання дверей по ходу евакуації.

–Застосування електрокабелів і проводів з ізоляцією і оболонкою, що не підтримують горіння.

–Вибір автоматичних вимикачів, що забезпечують відключення пошкодженої ділянки електромережі, при короткому замиканні.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

–Застосування приладів захисного відключення групових ліній електроосвітлення, будуть захищатися автоматичними вимикачами, групові лінії розеточної мережі – приладами захисного відключення (УЗО)..

–Опалювальне обладнання обслуговуюче пожежонебезпечні приміщення відповідають вимогам СНиП 2.04.05-91 і СНиП 2.01.02-82.

–Нагрівальні прилади оснащені екранами, які застерігають від пожежі відстанню від горючих речовин.

–Порошкові вогнегасники з речовинами ОПС-10 і ОППС-100, використовують для погашення полум'я в вімкнених електмережах.

– Пожежні гідранти з рукавами по 10 М розташовані у цеху на відстані 30 м один від одного.

– Відстані до пожежних еваковиходів – 35м, кількість виходів – 3.

Ширина прорізу для дверей еваковиходів – 2,5м згідно з СНиП 2.09.02-85.

Згідно ПУЭ для умови безпечного застосування електрообладнання все воно розподіляється на типи: вибухозахищене, для пожежних установок та нормального виконання. Електрообладнання, що використовується в цеху нормального виконання.

Приміщення будівлі передбачено обладнати системами оповіщення про пожежу, евакуаційного освітлення та автоматичної пожежної сигналізації, сигнали від приймально-контрольних приладів якої підключаються до системи цілодобового спостереження УДПО відповідно.

Перед входом в ректифікаційне відділення, і на робочих місцях, повинні бути розміщені знаки безпеки : «Не палити», «Вибухонебезпечно», «Стороннім вхід суворо заборонений».

Всі роботи з монтажу та експлуатації ректифікаційних установок виконуються в повній відповідності з «Правилами безпеки у вибухонебезпечних і пожежонебезпечних хімічних виробництвах» ПБВХП-74.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

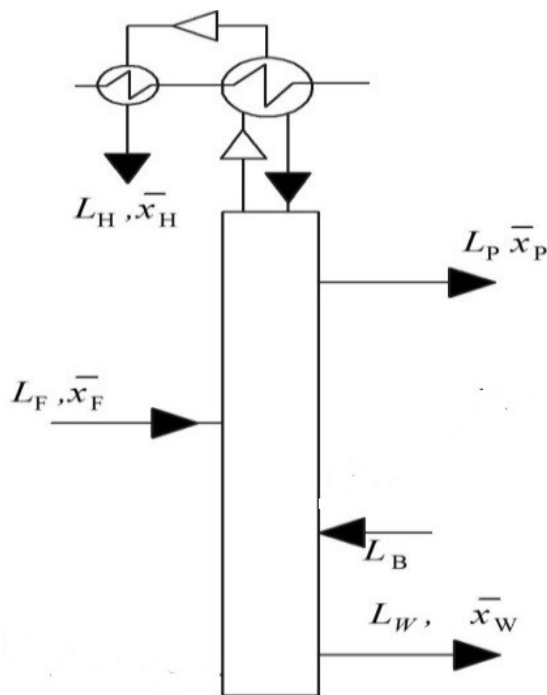
5. Розрахунки, що підтверджують працездатність та надійність конструкції

5.1 Розрахунок ректифікаційної колони

5.1.1 Визначення теоретичної кількості тарілок

Метою розрахунку тарілчастої ректифікаційної колони є визначення діаметрів D' верхньої (концентраційної) та D'' нижньої (відгінної) частин колони, а також висоти H контактної частини апарата, необхідних для отримання заданого ступеня розділення суміші. Розрахунок ведемо графо-аналітичним методом для випадку ідеальних бінарних сумішей в умовах незначної зміни потоків по висоті колони.

Схема зовнішніх потоків, що поступають і виходять з колони зображена на рисунку 5.1.



– розчин етиленгліколю у воді 80%; – водяна пара;

– вода; – кубовий залишок(діетиленгліколь);; – промивна

вода, що повертається в колону; , – відповідно, масові
концентрації вихідної суміші.

Рисунок 5.1 – Схема зовнішніх потоків ректифікаційної колони

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Вихідні дані:

масова продуктивність за вихідною сумішшю , кг/с 0,52;

масова частка НКК (вода) у початковій суміші , доля 0,2;

масова частка НКК (вода) у дистиляті , доля 0,995;

масова частка НКК (вода) у кубовому залишку , доля
0,001;

тип ректифікаційної колони тарілчаста;

тиск у колоні, Па $1,064 \cdot 10^5$.

Розрахунок проводимо по методиці, наведеній у [10].

Матеріальний баланс :

Теоретичною кількістю тарілок називають ступені зміни концентрації, яку знаходять графічною побудовою між рівноважною і робочими лініями на у-х діаграмі. Флегма й початкова суміш підводяться до колони, підігрітими до температури кипіння. Колона обігрівается відкритою парою. Суміш не містить механічних домішок і не полімеризується.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Молярні маси компонентів суміші [11]:

для етиленгліколю $M_{\text{ВК}} = 0,10612 \text{ кг/моль};$

для води $M_{\text{НК}} = 0,01802 \text{ кг/моль}.$

Для подальших розрахунків виразимо концентрації живлення, дистиляту й кубового залишку в молярних частках:

живлення:

;

ДИСТИЛЯТ:

;

кубовий залишок:

Відносна молярна витрата живлення:

Побудова рівноважної кривої та ізобари температур кипіння і конденсації суміші етанол-вода.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Крива рівноваги суміші діетиленгліколь – вода, має впадину (рисунок 4.2). Для визначення із точки A проводимо дотичну AB до кривої рівноваги.

Рівноважна крива концентрацій будується за даними [12]. Дані приведені на рисунку 4.2

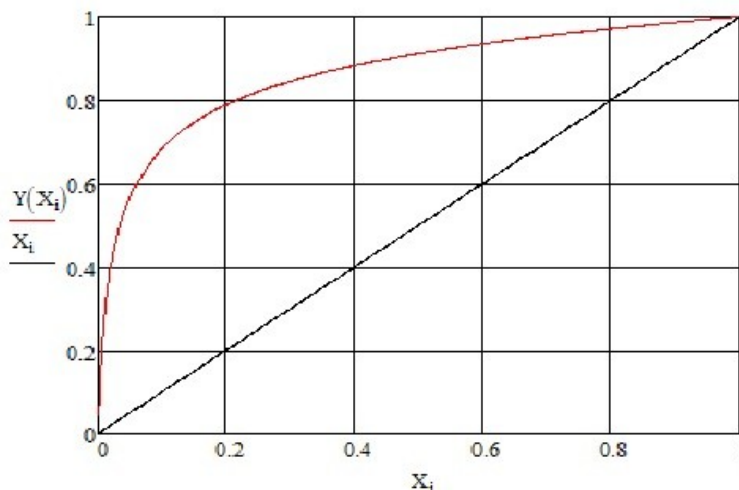


Рисунок 5.2 – Крива рівноважного складу рідини та пари при атмосферному тиску бінарної суміші діетиленгліколь – вода.

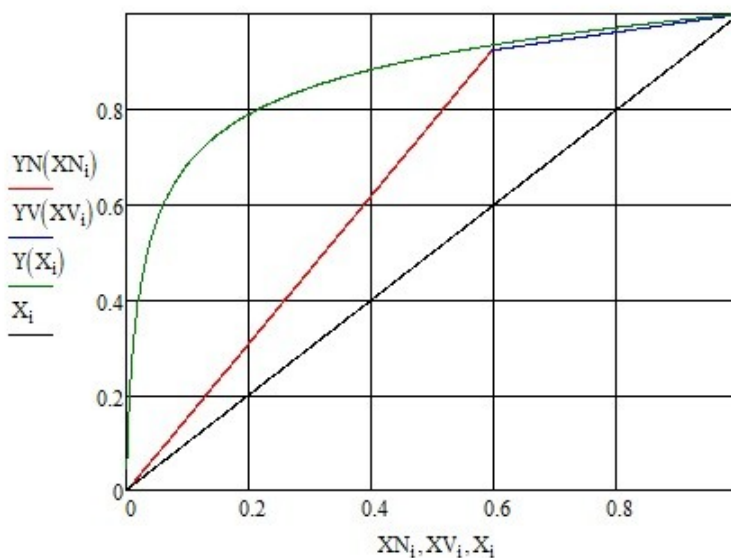


Рисунок 5.3 – Рівноважна крива концентрацій суміші діетиленгліколь – вода з робочими лініями

За [12] визначаємо мінімальне флегмове число.

Мінімальне флегмове число:

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Робоче флегмове число:

Теоретична кількість тарілок визначається за програмою розрахунку у додатку Б, результати розрахунку показано на рисунку 5.4 та на рисунку 5.5:

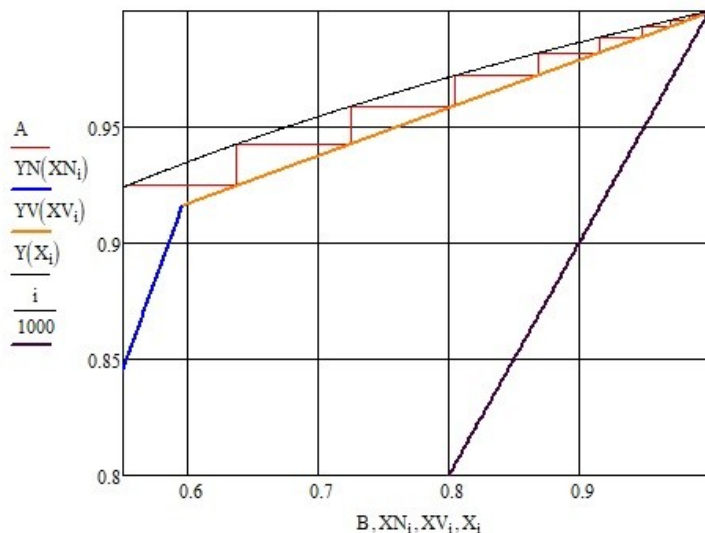


Рисунок 5.4 – Теоритична кількість тарілок верхня частина колони

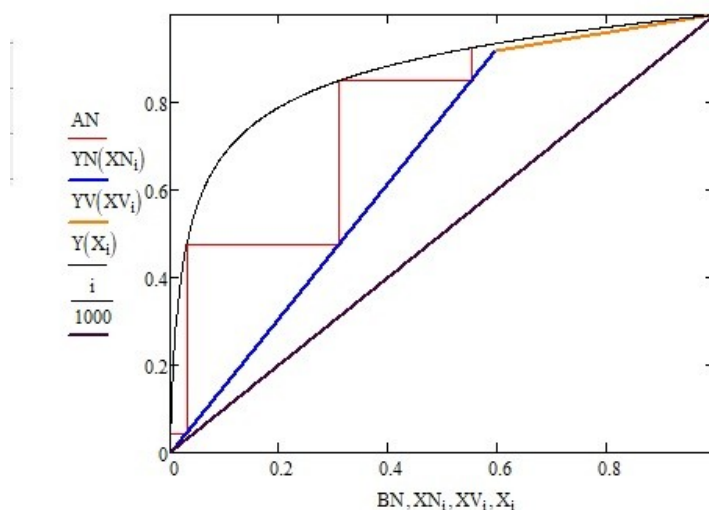


Рисунок 5.5 – Теоритична кількість тарілок нижня частина колони

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Теоретична кількість тарілок у верхній частині колони ;

Теоретична кількість тарілок у нижній частині колони ;

Загальна теоретична кількість тарілок .

Висновок: в процесі розрахунку визначили теоретичну кількість

тарілок, що становить:

5.1.2 Визначення теплофізичних властивостей середовища

Метою розрахунку є визначення теплофізичних властивостей середовища, які будуть використані в подальших розрахунках.

Вихідні дані:

температура рідини у верхній частині колони , K 374,552;

температура рідини у нижній частині колони , K 387,12.

Розрахунок проводимо по методиці, наведеній у [13].

Середні мольні концентрації рідини:

для верхньої частини колони:

;

для нижньої частини колони:

.

Середні масові концентрації рідини:

для верхньої частини колони:

;

для нижньої частини колони:

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Густина рідини у верхній частині колони:

густина діетиленгліколю при $= 374,552 \text{ K}$; $= 1058,01 \text{ кг/м}^3$;

густина води при $= 374,552 \text{ K}$; $= 957,29 \text{ кг/м}^3$;

середня густина рідини, :

Для нижньої частин колони:

густина діетиленгліколю при $= 387,12 \text{ K}$; $= 1050,07 \text{ кг/м}^3$;

густина води при $= 387,12 \text{ K}$; $= 947,9512 \text{ кг/м}^3$;

середня густина рідинию, :

Коефіцієнт динамічної в'язкості діетиленгліколю визначаємо
з таблиць у [11], Па с:

;

;

.

Коефіцієнт динамічної в'язкості води визначаємо з таблиць у [11], Па с:

;

;

.

В'язкість сумішей взаємонерозчинних рідинб, Па с:

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Витрати пари в колоні:

Середні концентрації пари знаходимо з рівнянь робочих ліній:
для верхньої частини колони:

;

для нижньої частини колони:

.

Середні молярні маси пари, кг/моль:

для верхньої частини колони:

для нижньої частини колони:

Середні масові потоки пари, кг/с:

у верхній частині колони:

в нижній частині колони:

.

Середня густина пари:

У верхній частині колони, кг/м³:

;

в нижній частині колони:

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Висновок: визначили деякі теплофізичні властивості для середовища у верхній та нижній частинах колони, зокрема густину та в'язкість. А також розраховували середню густину пари у верхній та нижній частині колони.

5.1.3 Визначення температурного режиму колони

Метою розрахунку є визначення середніх температур рідини у верхній та нижній частинах колони, та середні масові витрати рідини.

Вихідні дані:

масова продуктивність за вихідною сумішшю , кг/с 0,52;

температури кипіння:

кубового залишку , К 502;

вихідної суміші , К 387,12;

дистиляту , К 374,552.

Розрахунок проводимо по методиці, наведеній у [13].

Середня температури рідини в колоні.

Температура рідини у верхній частині колони, :

Температура рідини у нижній частині колони, :

Середні молярні маси рідини, :

у верхній частині колони:

					ЛН-51.066231.001ПЗ	Арк.
Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата		

в нижній частині колони:

Молярна маса, :
живлення:

дистиляту:

кубового залишку:

Середні масові витрати рідини в колоні, кг/с:
у верхній частині колони:

;

в нижній частині колони:

Висновок: визначили середні температури рідини у верхній та нижній частині колони та середні масові витрати рідини.

5.1.4 Визначення коефіцієнта корисної дії і кількості дійсних тарілок

Метою розрахунку є визначення коефіцієнта корисної дії і кількості дійсних тарілок ректифікаційної колони.

Вихідні дані:

температури кипіння:

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

кубового залишку , К 502;

вихідної суміші , К 387,12;

дистилляту , К 374,5.

Розрахунок проводимо по методиці, наведеній у [2].

Парціальний тиск етиленгліколю, мм.рт.ст.:

;

;

.

Парціальний тиск води, мм.рт.ст.:

;

;

.

Коефіцієнт відносної леткості компонентів:

Коефіцієнт корисної дії знаходимо залежно від добутку динамічного
коефіцієнта в'язкості та коефіцієнта відносної леткості , %:

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

;
;
.

Середній ККД тарілки, %:

Дійсна кількість тарілок:

Висновок: в процесі розрахунку визначили коефіцієнт корисної дії тарілки, який становить $\eta=0,339\%$ та дійсну кількість тарілок ректифікаційної колони – 36.

5.1.5 Визначення діаметра колони

Метою розрахунку є визначення дійсної робочої швидкості пари в колоні та визначення діаметра колони.

Вихідні дані:

молярні маси пари для верхньої частини колони , кг/моль 0,02029;
молярні маси пари для нижньої частини колони , кг/моль 0,06259;
молярна маса дистиляту , кг/моль 0,01846;
середня густина пари у верхній частині колони , кг/м³ 0,66031;
середня густина пари у нижній частині колони , кг/м³ 1,97.

Розрахунок проводимо по методиці, наведеній у [13].

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Масовий потік пари, кг/с:

у верхній частині колони:

;

в нижній частині колони:

Об'ємні витрати пари, м³/с:

у верхній частині колони:

;

в нижній частині колони:

Для визначення швидкості пари в колоні, за даними [13] для ректифікаційних колон, приймаємо відстань між тарілками $h_T = 170$ мм.

Допустима швидкість пари в колоні визначається за формулою, м/с:

для верхньої частини колони:

;

для нижньої частини колони:

де C – коефіцієнт, що залежить від відстані між тарілками.

Визначається за [11].

Відповідно до рекомендацій [13], робочу швидкість парів у колоні визначаємо за формулою:

Наближена робоча швидкість пари в колоні за, м/с:

для верхньої частини колони:

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

для нижньої частини колони:

Розрахунковий діаметр верхньої частини колони, м:

Розрахунковий діаметр нижньої частини колони, м:

За ГОСТ 9617-76 приймаємо стандартний діаметр верхньої і нижньої частин колони = 1,2 м.

Уточнення робочої швидкості пари в колоні, м/с:

для верхньої частини:

для нижньої частини колони:

дійсна робоча швидкість пари в колоні:

Висновок: дійсна робоча швидкість пари в колоні =0,919 м/с; діаметр колони = 1,2 м.

5.1.6 Гідравлічний розрахунок тарілок

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Метою розрахунку гідравлічного опору тарілок є визначення тиску, який діє на верхню та нижню частину з боку сухого та газорідкого шару.

Для подальших розрахунків необхідно вибрати тарілку. Вибираємо багатоковпачкову тарілку типу ТСК-Р (ОСТ 26-808-73), для колони діаметром 1200 мм, з такими параметрами [14]:

Вихідні дані:

вільний переріз колони	$f_n = 1,13 \text{ м}^2$;
робоча площа тарілки	$F_p = 0,93 \text{ м}^2$;
вільний переріз тарілки (площа проходу парів)	$F_{\Pi} = 0,129 \text{ м}^2$;
площа зливу	$F_{зл} = 0,099 \text{ м}^2$;
периметр зливу	$\Pi = 0,8181 \text{ м}^2$;
довжина шляху рідини	$l_p = 0,836 \text{ м}$;
кількість ковпачків на тарілці	$m = 8$;
діаметр ковпачка	$d_k = 80 \text{ мм}$.

Розрахунок проводимо по методиці, наведеній у [2].

Загальний опір тарілок з переливними пристроями складається із двох складових [2]:

де $\square P_p$ – відповідно, гідравлічний опір сухої тарілки та опір шару рідини на тарілці, Па.

Гідравлічний опір сухої (незрошуємої) тарілки, Па:

Для верхньої частини:

де \square – коефіцієнт опору сухої тарілки, що залежить від типу тарілки, для ковпачкової з діаметром ковпачка d_k (м):

де w – швидкість пари в парових патрубках, м/с:

					ЛН-51.066231.001ПЗ	Арк.
Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата		

Для нижньої частини, Па:

Загальний гідравлічний опір сухої (незрошуємої) тарілки, Па:

Гідравлічний опір газорідинного шару (піни) на тарілці.

де — середня густина рідни на тарілці;

— висота паро-рідинного шару.

де — висота переливного порогу; — висота шару над зливною перегородкою, згідно із рекомендаціями, для колон з середнім діаметром, можна не враховувати.

де — висота глибини барботажу; — висота підпору рідини над зливним порогом; — висота відкритості прорізів ковпачка; — висота установки ковпачка — відстань від тарілки до нижнього торця ковпачка. (рисунок 5.6).

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

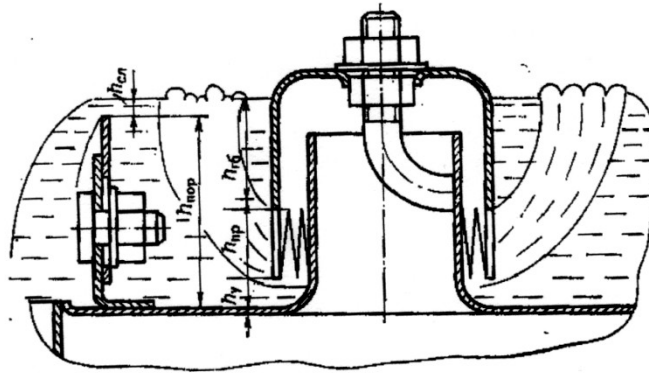


Рисунок 5.6 – Розташування ковпачка і переливного порогу

Глибина барботажу при абсолютному тиску $p=99100$ Па:

для верхньої частини колони за, м:

;

для нижньої частини колони:

;

Середня глибина барботажу:

Висота підпору рідини над зливним порогом:

,

де – дійсна витрата рідини, що перетікає через переливний пристрій,
 Π - периметр зливної перегородки.

Витрата рідини, що перетікає через переливний пристрій, $\text{м}^3/\text{с}$:

;

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

;

Середня витрата рідини, що перетікає через переливний пристрій, м³/с:

;

Висота підпору рідини над зливним порогом визначаємо за формулою, м:

Висота відкритості прорізів ковпачка:

,

де V - об'ємні витрати пари;

$m = 8$ – кількість ковпачків на тарілці;

$z = 140$ – кількість прорізів в одному ковпачку;

мм – ширина прорізів ковпачка.

Висота відкритості прорізів ковпачка визначаємо за формулою, м:

;

Середня висота відкритості прорізів ковпачка, м:

Приймаємо висоту прорізів мм.

Приймаємо висоту установки ковпачка м.

Висота зливного порогу для ковпачкової тарілки за:

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Розрахунок гідравлічного опору газорідного шару (піни) на тарілці за, Па:

для верхньої частини колони:

;

для нижньої частини колони:

;

Середній опір тарілки, Па:

;

Отже, загальний гідравлічний опір тарілки, Па:

.

Загальний опір колони, Па:

Висновок: в ході розрахунку обрали тунельноковпачкову тарілку типу ТСК-Р (ОСТ 26-808-73), для колони діаметром 1200 мм. Розраховали гідравлічний опір тарілок – 588,73 Па визначили тиск, який діє на верхню та нижню частину з боку сухого та газорідного шару, та визначили загальний опір колони – 21194,6 Па.

5.1.7 Розрахунок висоти апарата

Метою розрахунку є визначення висоти ректифікаційної колони.

Вихідні дані:

теоретична кількість тарілок

36.

Розрахунок проводимо по методиці, наведеній у [2].

У залежності від діаметра апарата визначаємо відстань від верхньої тарілки до кришки, м:

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Відстань від нижньої тарілки до днища, м:

Загальна висота колони (зайнята тарілками), складає, м:

де мм – відстань між тарілками, прийнята згідно рекомендацій [13].

Висновок: в процесі розрахунку визначили діаметр верхньої частини колони, який дорівнює 1,2 м, нижньої – 1,2 м, загальну висоту колони – 9,47 м.

5.1.8 Вибір опори апарата

Метою даного розрахунку є вибір опори апарата, який здійснюємо за двома параметрами: діаметром і вагою апарата.

Розрахункова схема зображена на рисунку 5.7.

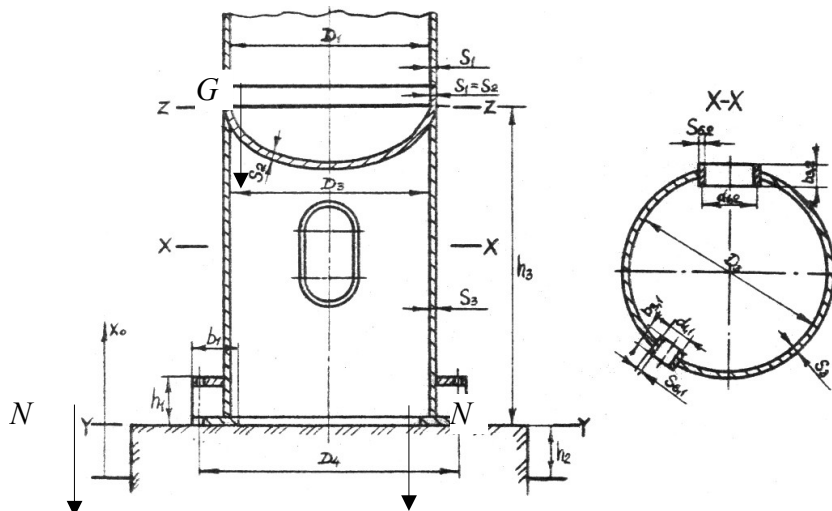


Рисунок 5.7 – Конструкція циліндричної опори для ректифікаційної колони

Вихідні дані:

діаметр апарата D_1 , м

1,2;

товщина циліндричної обичайки S_1 , м,

0,006;

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

висота колони h_k , м	9,47;
маса фланців і арматури $M_{\text{фл}}$, кг	900;
маса ковпачкової масообмінної тарілки , кг	150;
густина матеріалу корпусу , кг/м ³	7670;
об'єм днища $V_{\text{дн}}$, м ³	0,293;
густина води при $T = 293 \text{ K}$, кг/м ³	998.

Розрахунок ведемо по методиці, приведений в [15].

Маса корпусу колони, кг:

Маса днища апарата, кг:

Маса кришки апарата, кг:

Маса тарілок апарата, кг:

Маса порожнього апарата, кг:

Навантаження порожнього апарата, МН:

$H=0,108743$.

Об'єм апарата, м³:

Маса води в апараті, кг:

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Навантаження апарата на опори під час гідравлічних випробувань МН:

Висновок: виходячи з того, що $=0,213 \text{ МН}$,

МН вибираємо циліндричну опору типу з згідно ГОСТ 26- 467-78 по

5.1.9 Розрахунок товщини стінки обичайки

Метою розрахунку є визначення товщини стінки обичайки, що знаходиться під дією внутрішнього тиску, із урахуванням додатків на корозію і зручності транспортування та монтажу.

Розрахункова схема обичайки наведена на рисунку 5.8.

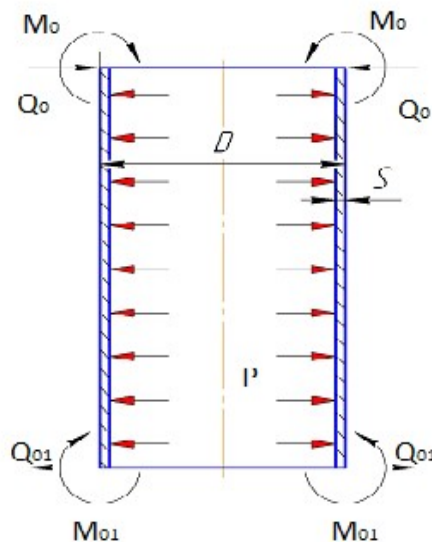


Рисунок 5.8 – Розрахункова схема циліндричної обичайки

Вихідні дані для розрахунку:

робочий тиск в середині апарата p , Па $1,064 \cdot 10^5$;

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

діаметр апарата D , м		1,2;
нормативне допустиме напруження матеріалу	МПа	380;
матеріал		Сталь 20Х13
		ГОСТ 5582-75

Розрахунок ведемо по методиці, приведеній в [16].

Оскільки надлишкового тиску в колоні під час роботи не передбачається то за робочий тиск приймаємо гідростатичний тиск стовпа води при випробовуваннях.

Необхідно обчислити розрахунковий тиск. Для цього перевіряється виконання умови:

Розрахунковий тиск у цьому випадку дорівнює, МПа:

Допустиме напруження матеріалу, МПа:

де γ – поправочний коефіцієнт, що залежить від виду заготовки. Для листового прокату [11].

Мінімальна товщина стінки корпусу колонного апарата залежить від його діаметра. Тому, за [14] приймаємо, м:

Для цієї товщини вибираємо відповідні поправки $c_1=0,8$ мм $c_2=0,5$ мм $c_3=0$, які і далі будуть використовуватись при розрахунках.

Додаток до розрахункової товщини, м:

;

де c_1 – прибавка на компенсацію корозії;

c_2 – прибавка на компенсацію мінусового допуску до товщини листа;

c_3 – технологічна прибавка, яка визначається заводом і пов'язана зі зміною

					ЛН-51.066231.001ПЗ	Арк.
Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата		

листа при формуванні деталі.
Допустимий тиск, МПа:

Перевіряємо умову міцності за формулою, МПа:

$$0,1064 \cdot 2,668$$

Висновок: умова міцності виконується, отже вибрана товщина стінки 0,06 м обичайки забезпечує міцність апарата в умовах робочих навантажень.

5.1.10 Перевірка циліндричної обичайки на дію осьової стискаючої сили та моменту.

Метою розрахунку є визначення допустимого осьового стискуючого зусилля та допустимого згинаючого моменту для перевірки колони на стійкість.

Розрахункова схема наведена на рисунку 5.9

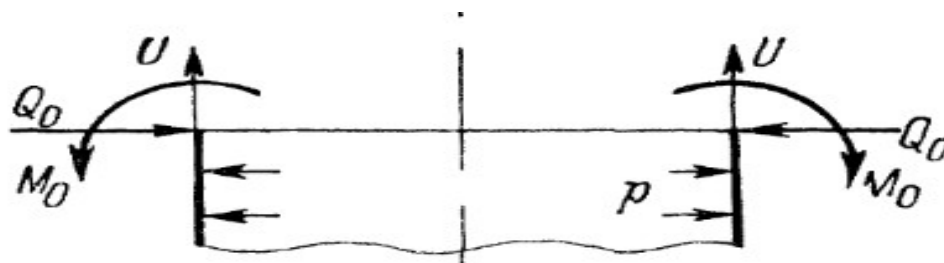


Рисунок 5.9 – Розрахункова схема циліндричної обичайки

Вихідні дані:

діаметр апарата D , м	1,2;
допустиме напруження матеріалу $[\sigma]$, МПа	380;
модуль пружності E , МПа	$2,18 \cdot 10^5$;
товщина стінки обичайки s , м	0,006.

Розрахунок ведемо по методиці, приведений в [16].

Визначаємо осьове стискуюче зусилля $[F]_n$ з умови міцності, МН:

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

;

Визначаємо осьове стискуjące зусилля , з умови місцевої стійкості в межах пружності, МН:

Визначаємо допустиме осьове стискуjące зусилля, МН:

Осьовий згинаючий момент $[M]_n$ за умовою міцності, МН м:

Визначаємо осьовий згинаючий момент , з умови стійкості в межах пружності, МН м:

Визначаємо допустимий згинаючий момент, МН:

Висновок: визначили допустиме осьове стискуjące зусилля $[F]_n$ та допустимий згинаючий момент для подальшого розрахунку апарата та для перевірки колони на стійкість.

5.1.11 Розрахунок товщини стінки днища

Метою розрахунку є визначення товщини днища та перевірити, чи виконується умова міцності.

Вихідні дані:

розрахунковий тиск p , МПа 0,1;

діаметр апарата D , м 1,2;

допустиме напруження матеріалу $[\sigma]$, МПа 380.

Розрахунок ведемо по методиці, приведений в [16].

Розрахункова схема днища наведена на рисунку 5.10.

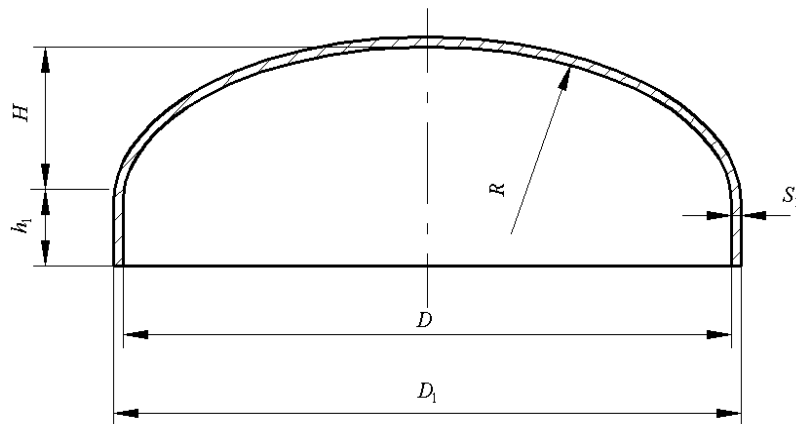


Рисунок 5.10 – Розрахункова схема еліптичного днища

Розрахунок на допустимий внутрішній надлишковий тиск, м:

де $f = 0,9$ – коефіцієнт міцності зварного шва.

Із врахуванням поправок маємо, мм:

Товщину днища необхідно приймати не менше товщини корпуса і згідно рекомендаціям стандартів не менше 3 мм. Приймаємо $s=6$ мм.

Обчислюємо висоту еліптичної частини днища та радіус, м:

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

В зв'язку з тим, що ми обрали еліптичне днище, його обов'язково необхідно виконувати з відбортовкою. Усі параметри днища вибираються згідно стандартів.

Виконуємо перевірку на допустимий тиск, МПа:

де s – виконавча товщина еліптичного днища; R - радіус кривизни в вершині днища.

0,1 2,67.

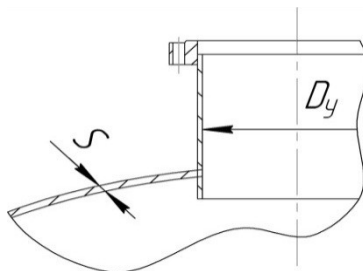
Умова міцності виконується.

Висновок: під час розрахунку розраховали та прийняли товщину стінки, що дорівнює 6 мм; обчислили висоту еліптичної частини днища – 0,3м та перевірили виконання умови міцності.

5.1.12 Визначення необхідності укріплення отворів

Мета розрахунку: визначити необхідність укріплення отворів і вид укріплення.

Розрахункова схема представлена на рисунку 5.11.



Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Рисунок 5.11 – Розрахункова схема визначення необхідності укріплення отворів

Вихідні дані:

товщина стінки апарата s , м 0,006;

додаток до розрахункової товщини c , м 0,00013.

Розрахунок проводиться за методикою, наведеною в [10].

Перевіряємо отвір у кришці апарата для відведення водяної пари, діаметр якого становить м.

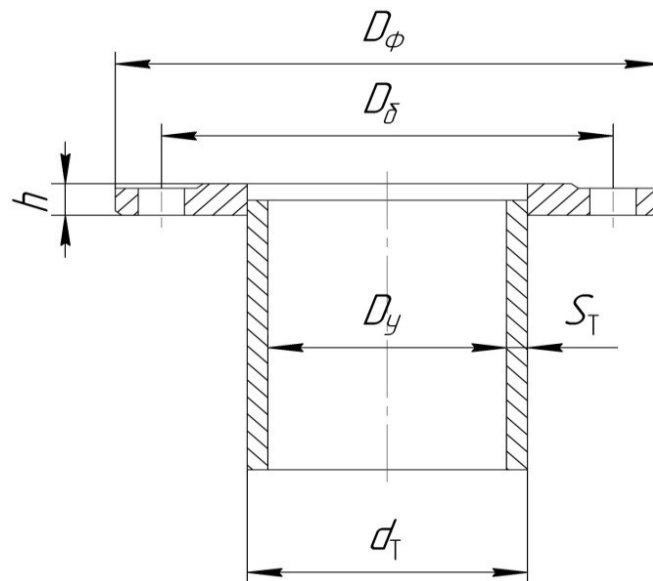
Діаметр отвору, який не потребує укріплення, м:

$$0,3 \leq 3,9.$$

Висновок: оскільки дана умова виконується, то отвір у кришці під штуцер не потрібно додатково укріплювати.

5.1.13 Визначення діаметрів штуцерів

Метою розрахунку є вибір стандартних штуцерів за тиском і умовним діаметром, що далі визначається. Ескіз штуцера наведений на рисунку 5.12.



Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Рисунок 5.12 – Схема штуцера за ГОСТ 1235-67

Вихідні дані:

масова витрата кубового залишку , кг/с 4,409;

масова витрата гріючої пари , кг/с 2,322;

масова витрата парів води , кг/с 0,654.

Розрахунок проводиться за методикою, наведеною в [10].

Визначаємо діаметри штуцерів за формулою:

;

де – рекомендована швидкість руху рідини;

– густина рідини;

масова витрата рідини.

Для деяких основних штуцерів запишемо об’ємний видаток і швидкість руху, потім розраховуємо діаметри штуцерів і зведемо дані до таблиці 4.2. За даними [14] знаходимо стандартні діаметри штуцерів. Діаметри інших штуцерів колони вибираємо згідно рекомендацій [15].

Таблиця 5.2 – Розрахунок діаметрів штуцерів

Призначення штуцера	Швидкість руху рідини ω , м/с	Розрахований діаметр штуцера d , м	Стандартний діаметр штуцера D_y , мм
Вхід гріючої пари	15	0,387	400
Вихід кубового залишку	1	0,076	80
Вихід водяної пари	15	0,29	300

Розрахунок діаметра патрубків для виходу кубового залишку, м

Розрахунок діаметра патрубків для входу гріючої пари в колону, м:

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Розрахунок діаметра патрубкa для виходу водяної пари із колони, м:

Вибираємо тип обтюрaції, матеріaл прокладкa та її товщину, відповідно, з таблиць 20.1, 20.2, 20.18 [1]. Тип обтюрaції – з прокладкою прямокутного перерізу між плоскими поверхнями. Матеріaл при тиску < 1,6 МПа та температурі < 773 К – азбестований картон. Товщина прокладкa 3 мм.

За даними [14] вибираємо стандартні розміри фланців (таблиця 4.3):

Таблиця 5.3 – Стандартні розміри вибраних фланців.

Умовний діаметр штуцера D_y , мм	Зовнішній діаметр штуцера d_T , мм	Товщина стінки патрубкa S_T , мм	Діаметр фланця, D_Φ , мм	Діаметр околу болтів D_ϕ , мм	Діаметр болтів d_ϕ	Кількість болтів z	Висота фланця h , мм
80	89	4	185	150	M16	4	15
400	426	10	535	495	M20	16	24
300	325	8	435	395	M20	12	20

Висновок : провівши розрахунок визначили діаметри штуцерів та брали із ряду стандартних. Для входу гріючої пари – 400мм; для виходу кубового залишку – 80 мм; для виходу водяної пари – 300мм.

5.1.14 Розрахунок ізоляції

Мета розрахунку: визначити товщину ізоляції.

Розрахункова схема зображена на рисунку 5.13

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

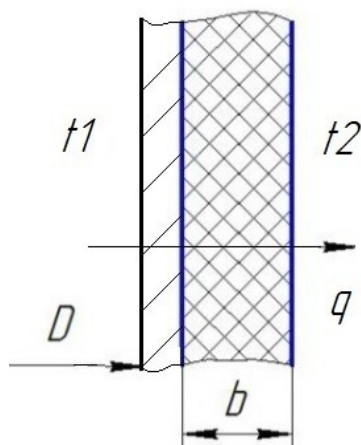


Рисунок 5.13– Схема ізоляції

Вихідні дані:

Температура навколишнього середовища , К 293;
 температура стінки апарату , К 445;
 температура в апараті , К 445;
 коефіцієнт теплопровідності тканини голкопробивної
 скляної марка ІПС-Т-1000 ,Вт/(м·К) 0,057.
 Розрахунок ведемо за методикою [14].

Визначимо сумарний коефіцієнт тепловіддачі в навколишнє середовище
 випромінюванням і конвекцією, :

Питомий тепловий потік, Вт:

Товщина ізоляції, м:

Приймаємо товщину ізоляції м.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Висновок: товщина ізоляції складає м тканини голкопробивної
скляної марка ІПС-Т-100.

					ЛН-51.066231.001ПЗ	Арк.
Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата		

6. Рекомендації, щодо монтажу та експлуатації

Монтажні роботи під час будівництва об'єкту виконуються спеціалізованою монтажною організацією. Виробничі підрозділи організації виконують такі роботи: такелажні (навантажування, розвантажування, переміщення і встановлення теплообмінного апарата в проектне положення); слюсарно-монтажні (складання апарата); монтаж металоконструкції; зварювання; прокладання трубопроводів та інші роботи [17].

При монтажі застосовують потоковий метод, який передбачає послідовне ведення монтажних робіт. Після спорудження фундаментів під будівельні конструкції будови монтують колони, на них – підкранові шляхи, а на останніх – мостові крани, за допомогою яких монтується технологічне обладнання.

До початку монтажу мають бути виконані роботи нульового циклу: підготовлені тимчасові під'їзди і проїзди; виготовлені фундаменти; монтажні майданчики мають бути покриті збірними залізобетонними плитами, забезпечені водопроводом, каналізацією, електрикою; підготовлені виробничі, адміністративно-побутові і санітарні приміщення; обладнано інструментальні кладочки і ремонтні майстерні, а також майданчик укрупнювального складання і зберігання обладнання; здійснені заходи з техніки безпеки, охорони праці, протипожежної безпеки і промислової санітарії.

Для великогабаритного обладнання, у тому числі для колонних апаратів, відповідно до ОСТ 26-291 має бути передбачена можливість транспортування у складеному вигляді автомобільним, залізничним або водним транспортом від місця виготовлення до монтажного майданчика. Відповідно до габаритних розмірів і маси колони вибираємо ступінь бокової негабаритності III, верхньої – II.

Монтажне складання вертикального колонного апарата у робочому положенні здійснюємо за допомогою баштових кранів знизу доверху (нарощування). Цей спосіб (рисунок 6.1) використовується за умов монтажу

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

або капітального ремонту колон будь-якої висоти та ваги. При цьому вантажопідіймальність крана визначається за найважчою частиною колони.

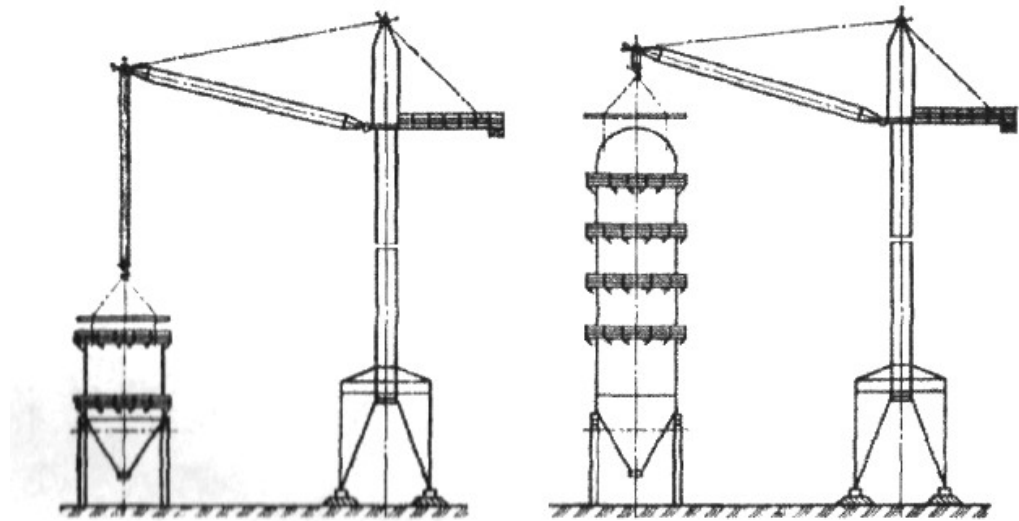
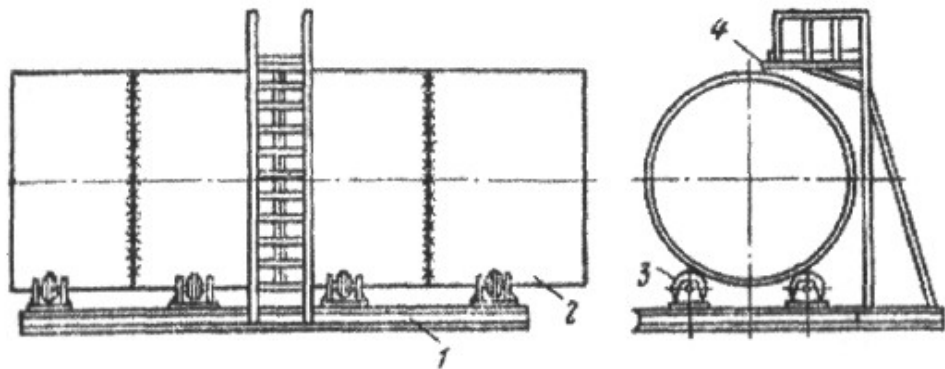


Рисунок 6.1 – Схема складання колони знизу доверху (нарощуванням)

Для складання й зварювання колони у горизонтальному положенні використовуємо роликові стенди (рисунок 6.2). Стенд містить раму, на якій змонтовані приводні роликові опори й роликові опори, що вільно обертаються. При цьому, як правило, ролики прогумовані. В універсальних стендах роликові опори можуть бути переміщені напрямними у поперечному напрямку, що дозволяє складати обичайки, різні за діаметром.



1 – рама; 2 – апарат; 3 – роликова опора; 4 – зварювальна площадка

Рисунок 6.2 – Роликовий стенд

Монтаж колони, що складена й знаходиться в горизонтальному положенні, може здійснюватись кількома способами, вибір яких залежить від

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

багатьох факторів, зокрема, від фінансових можливостей, терміну монтажу, характеристик монтажного обладнання (маси, габаритів, стійкості при підйманні колони), компонування технологічного обладнання на монтажному майданчику, наявності необхідних вантажопідіймальних пристроїв.

Після закінчення монтажно-збиральних робіт апарати мають неодмінно пройти випробування. Спочатку проводять підготовчі роботи, пов'язані з оглядом та перевіркою стану всіх частин та вузлів апарата. При цьому особливу увагу необхідно звернути на присутність в конструкції арматури, приладів, кришок, заглушок, болтів, прокладок та інших деталей, які забезпечують герметичність системи. В програму випробувань входить гідравлічне та пневматичне випробування апарата разом з трубопроводами на тиск, який вказаний на кресленні. При випробуваннях виявляють герметичність та надійність роботи вентилів, кранів, клапанів та іншої арматури, а також щільність всіх роз'ємних з'єднань.

Під час експлуатації необхідно контролювати корозійне зношування апарата. Застосовуються контактні вимірювання: лінійки, щупи, штангенінструменти, мікрометричні інструменти, індикатори годинникового типу, рамні і брускові рівні, перевірочні плити, перевірочні косинки.

Випробування апаратів потрібно проводити водою під тиском . Витримувати не менше 15хв (900с). Натікання води через основний метал та зварні шви не допускається. Контроль апарата – візуальний.

Змонтовані апарати до здачі в експлуатацію піддають випробуванням на міцність і щільність.

До початку обкатування в приміщенні повинні бути закінчені опоряджувальні роботи й монтаж трубопроводів і конструкцій, пов'язаних з апаратом. Перед пуском апарата необхідно: промити маслопроводи системи рідкої оливи, прокачавши оливу минаючи підшипники; перевірити наявність змащення у всіх крапках, що змазують, апарата; проконтролювати затягування нарізних сполучень у всіх доступних місцях, температуру а тиск води й оливи

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

в трубопроводах систем охолодження й олії-змащення; переконатися у відсутності в апараті людей і сторонніх предметів.

					ЛН-51.066231.001ПЗ	Арк.
Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата		

7 Рівень стандартизації та уніфікації

Конструкторська уніфікація сприяє раціональному скороченню витрат матеріалів і збільшенню випуску продукції на одиницю виробничої площі і обладнання. Під рівнем стандартизації та уніфікації виробу розуміється насиченість їх відповідно стандартизованими та уніфікованими частинами.

Рівень уніфікації визначається відношенням кількості запозичених та стандартних деталей до загальної кількості деталей. Проектом передбачено використання максимальної кількості уніфікованих деталей з метою зменшення витрат на виготовлення та обслуговування апаратів [18].

Рівень стандартизації та уніфікації, який характеризується відповідними коефіцієнтами, визначаємо за методикою РД 33-74, затвердженою Держстандартом України.

Загальна кількість деталей у проектованій ректифікаційній колоні (за виключенням кріпильних виробів) $N = 240$, із них стандартних $n_c = 190$, уніфікованих – $n_3 = 20$.

Тоді коефіцієнт стандартизації:

Коефіцієнт уніфікації:

Висновок: розраховані значення коефіцієнтів стандартизації та уніфікації підтверджують, що під час проектування за основу було обрано якомога більше стандартних, нормалізованих і уніфікованих конструктивних елементів, деталей та вузлів. Це зроблено з метою спрощення ремонту, обслуговування та заміни елементів конструкцій.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

8 Техніко-економічне обґрунтування модернізації

8.1 Техніко-економічне обґрунтування доцільності вдосконалення

Обладнання хімічного машинобудування має надзвичайно велике значення, оскільки продукція підприємств, що використовують дані апарати та машини є сировиною для легкої промисловості, харчової промисловості, важкого машинобудування, енергетики, багатьох інших галузей.

Одним із основних напрямків хімічного машинобудування є проектування обладнання для виробництва етиленгліколю. Заводи, що виробляють етиленгліколь, обладнані машинами різного призначення, в тому числі, ректифікаційними колонами, принцип дії яких заснований на різниці температур кипіння різних компонентів.

Модернізація ректифікаційної колони заключається в підвищенні інтенсивності масообміну на контактних пристроях та полегшенні регулювання масообмінного процесу.

Метою даної роботи є розробка тарілчастої ректифікаційної колони.

В основу корисної моделі покладено задачу вдосконалити тунельну ковпачкову тарілку масообмінного апарату з метою більш повного використання площі тарілки, та спрощення її конструкції.

Таблиця 8.1 – Техніко-економічні показники теплообмінного апарата

Найменування показників	Одиниця виміру	Апарат до модернізації	Апарат після модернізації
1	2	3	4
Продуктивність	кг/с	0,198	0,52
Основний матеріал	—	20X13	20X13
Висота апарата	мм	14800	11700
Маса апарата	кг	12250	11085
Тривалість ремонтного циклу	Рік	8	10

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Клас небезпечності за ГОСТ 12.1.007-76	—	До 2 кл	До 2 кл.
Пожежонебезпека за ГОСТ 12.1.004-91	—	пожежонебезпечне	пожежонебезпечне
Категорія вибухонебезпечності за ГОСТ Р 513305-99	—	В	В
Коефіцієнт стандартизації і уніфікації	%	85;90	83; 84
Ринкова ціна нового аналогічного устаткування	тис. грн	—	200
Балансова (первісна) вартість устаткування	тис. грн	110	—
Залишкова вартість устаткування, яке підлягає модернізації	тис. грн	0	—

8.2 Розрахунки витрат на проведення проектно-конструкторських робіт по вдосконаленню ректифікаційної колони

Вдосконаленням апарата розраховуємо у відповідності зі ступенем складності та обсягів проектно-конструкторської документації, яку необхідно розробити на етапи конструкторської підготовки. Модернізація діючого устаткування означає його вдосконалення з метою попередження або усунення фізичного зносу, техніко-економічного старіння та підвищення його технічних параметрів до рівня сучасних вимог.

Економічно доцільно здійснювати модернізацію устаткування під час проведення його капітального ремонту. Зазвичай вдосконалення устаткування хімічної, нафтопереробної та целюлозно-паперової галузей промисловості забезпечує збільшення його продуктивності на 10-18%, а здійснені згідно з

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

нею витрати не перевищують половини вартості нових знарядь виробництва аналогічного призначення.

Розрахунки ефективності на проведення модернізації устаткування полягають у визначенні коефіцієнта ефективності витрат, який розраховується за формулою[19]:

$$n_{p_i} = 1 - \frac{M_i + S_{e_i}}{K_{H_i} + \alpha\beta + S_{\alpha_i}},$$

де M_i – сукупні витрати на проведення модернізації устаткування, грн.; (поточних);

S_{e_i} – перевищення експлуатаційних витрат модернізованого устаткування порівняно з новим аналогічним устаткуванням, грн;

K_{H_i} – оптова ціна придбання нового аналогічного устаткування, грн.

α – коефіцієнт співвідношення продуктивності модернізованого устаткування та аналогічного нового устаткування;

β – коефіцієнт співвідношення тривалості ремонтного циклу модернізованого устаткування та аналогічного нового устаткування;

S_{α_i} – втрати від недоамортизації устаткування, яке підлягає модернізації.

Величина сукупних витрат на модернізацію устаткування може бути розрахована по формулі:

де – первісна (відновлена) вартість устаткування, яке підлягає модернізації, згідно даних підприємств, де експлуатується аналогічне обладнання, первісна вартість ректифікаційної колони $\Phi_i^{mod} = 200 \text{ тис. грн.}$;

– коефіцієнт витрат, величина якого залежить від виду і типу устаткування, яке підлягає модернізації, в даному випадку для ректифікаційних колон.

Модернізоване устаткування у процесі подальшої експлуатації, як правило, вимагає більш високих експлуатаційних (поточних) витрат у порівнянні з аналогічним новим устаткуванням.

Експлуатаційні (поточні) витрати при роботі устаткування складаються з таких витрат:

– витрати паливно-мастильних матеріалів;

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

- витрати на придбання та виготовлення необхідних запасних частин;
- витрат на оплату праці ремонтного персоналу;
- інші поточні експлуатаційні витрати.

З достатнім для розрахунків ступенем точності, який базується на практичних даних підприємств хімічного машинобудування, величина перевищення експлуатаційних (поточних) витрат по модернізованому устаткуванню порівняно з новим аналогічним устаткуванням S_{ei} може бути розрахована по формулі:

де β – коефіцієнт експлуатаційних (поточних) витрат устаткування, яке підлягає модернізації, в даному випадку $\beta_{\text{рек}}$ для ректифікаційних колон;

$\beta_{\text{ан}}$ – коефіцієнт експлуатаційних (поточних) витрат аналогічного нового устаткування, в даному випадку $\beta_{\text{рек}}$ для ректифікаційних колон;

$C_{\text{нов}}$ – первісна вартість нового (аналогічного) устаткування.

Коефіцієнт співвідношення тривалості ремонтного циклу модернізованого устаткування та аналогічного нового:

$$\beta = \frac{T_{\text{мод}}}{T_{\text{нов}}} = \frac{1,5}{2} = 0,75,$$

де $T_{\text{мод}}$ – тривалість ремонтного циклу устаткування, яке підлягає модернізації;

$T_{\text{нов}}$ – тривалість ремонтного циклу аналогічного нового устаткування.

Коефіцієнт співвідношення продуктивності вдосконаленого устаткування та аналогічного нового устаткування α розраховується по формулі [19]:

,

де α – продуктивність або інший один з найбільш важливих показників, який характеризує роботу устаткування, яке підлягає модернізації;

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

– продуктивність або інший один з найбільш важливих показників, який характеризує роботу аналогічного нового устаткування.

Таблиця 8.2 – Значення коефіцієнту ефективності витрат на модернізацію устаткування.

Величина коефіцієнта	Висновок щодо доцільності модернізації устаткування
> 0	Модернізація устаткування з економічної точки зору доцільна
< 0	Модернізація устаткування з економічної точки зору недоцільна. Доцільним є придбання нового устаткування.
$= 0$	Рішення про модернізацію устаткування приймається, виходячи з конкретних виробничих обставин.

Коефіцієнт ефективності витрат:

де – втрати від не до амортизації устаткування, яке підлягає модернізації;

– оптова ціна придбання нового аналогічного устаткування, грн.

Висновок: оскільки $=0,43 > 0$ то модернізація устаткування з економічної точки зору доцільна.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Висновки

У дипломному проекті освітньо-кваліфікаційного рівня “бакалавр” на тему «Модернізація ректифікаційної колони установки виробництва гліколю» розроблено тарілчасту ректифікаційну колону безперервної дії, призначену для розділення 0,52 кг/с суміші “етиленгліколь – вода” з початковою відносною масовою концентрацією етиленгліколю 40%.

Обґрунтування призначення та області використання апарата здійснено за допомогою опису технологічного процесу та вибору типів апарата і його місця в технологічній схемі. Надана технічна характеристика апарата. Здійснений опис конструкцій, основних складальних одиниць та деталей ректифікаційної колони. Виконано порівняння основних показників обраних конструкцій з аналогами шляхом проведення патентного пошуку для встановлення патентоспроможності апаратів. Виконані розрахунки, що підтверджують працездатність та надійність конструкцій: параметричний, конструктивний, тепловий, гідравлічний та розрахунки на міцність і надійність елементів конструкцій апарата. Розроблені заходи, що до вимог охорони праці та подано рекомендації з монтажу та експлуатації. Проведено техніко-економічне обґрунтування доцільності модернізації розробленого апарата. Оцінено рівень стандартизації та уніфікації розробленого апарата, проведено розробку технологічного процесу виготовлення деталі (кришка) та схеми автоматичного керування технологічним процесом установки.

Проведено модернізацію ректифікаційної колони, яка заключається в підвищенні інтенсивності масообміну на контактних пристроях та полегшенні регулювання масообмінного процесу. Це дозволило підвищити коефіцієнт корисної дії кожної тарілки, а відповідно і зменшило затрати на виготовлення етиленгліколю. А також, підвищило якість отриманого продукту, за рахунок збільшення концентрації етиленгліколю на виході з колони, завдяки

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

можливості регулювання міжтарілочної відстані у зоні відбору готового продукту.

Внаслідок модернізації ми отримали значне підвищення річної продуктивності та покращення якості продукції зі зміною ціни, що дало економічний ефект у розмірі 9662 грн. на рік

Графічна частина роботи складається з одного плакату, чотирьох креслень формату А2 та семи креслень формату А1, що містять технологічну схему відділення для одержування етилегліколю, а також складальні креслення ректифікаційної колони, тарілки, опори ректифікаційної колони, царги, кришки.

За результатами роботи було подано заявку на корисну модель тунельно-ковпачкової тарілки ректифікаційної колони.

					ЛН-51.066231.001ПЗ	Арк.
Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата		

Выводы

В дипломном проекте образовательно-квалификационного уровня "бакалавр" на тему «Модернизация ректификационной колонны установки производства гликоля» разработан тарельчатую ректификационную колонну непрерывного действия, предназначенную для разделения 0,52 кг / с смеси "этиленгликоль – вода" с начальной относительной массовой концентрацией этиленгликоля 40% .

Обоснование назначения и области применения аппарата осуществлен с помощью описания технологического процесса и выбора типов аппарата и его места в технологической схеме. Оказана техническая характеристика аппарата. Проведенное описание конструкций, основных сборочных единиц и деталей ректификационной колонны. Выполнено сравнение основных показателей избранных конструкций с аналогами путем проведения патентного поиска для установления патентоспособности аппаратов. Выполнены расчеты, подтверждающие работоспособность и надежность конструкций: параметрический, конструктивный, тепловой, гидравлический и расчеты на прочность и надежность элементов конструкций аппарата. Разработаны мероприятия, требованиям охраны труда и даны рекомендации по монтажу и эксплуатации. Проведено технико-экономическое обоснование целесообразности модернизации разработанного аппарата. Оценен уровень стандартизации и унификации разработанного аппарата, проведена разработка технологического процесса изготовления детали (крышка) и схемы автоматического управления технологическим процессом установки.

Проведена модернизация ректификационной колонны, которая заключается в повышении интенсивности массообмена на контактных устройствах и облегчении регулирования массообменного процесса. Это позволило повысить коэффициент полезного действия каждой тарелки, а соответственно и уменьшило затраты на изготовление этиленгликоля. А также, повысило качество получаемого продукта за счет увеличения концентрации

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

этиленгликоля на выходе из колонны, благодаря возможности регулирования межтарелочное расстояний в зоне отбора готового продукта.

Вследствие модернизации мы получили значительное повышение годовой производительности и улучшения качества продукции с изменением цены, что дало экономический эффект в размере 9662 грн. в год

Графическая часть работы состоит из одного плаката, четырех чертежей формата А2 и семи чертежей формата А1, содержащие технологическую схему отделения для получение этиленгликолю, а также сборочные чертежи ректификационной колонны, тарелки, опоры ректификационной колонны, царги, крышки.

По результатам работы была подана заявка на полезную модель туннельно-колпачковая тарелки ректификационной колонны.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Conclusions

In the diploma project of the educational-qualifying level "Bachelor" on the topic "Modernization of the distillation column of the glycol production plant", a cask rectifying column of continuous action designed to separate 0,52 kg / s of ethylene glycol-water mixture with an initial relative mass concentration of ethylene glycol 40% .

The justification of the purpose and area of use of the device was carried out by means of a description of the technological process and the choice of the types of apparatus and its place in the technological scheme. The technical characteristics of the device are given. The description of structures, main assembly units and parts of the distillation column is carried out. A comparison of the main indicators of selected constructions with analogues is carried out by conducting a patent search for the determination of the patentability of apparatus. Performed calculations confirming the efficiency and reliability of structures: parametric, constructive, thermal, hydraulic and calculations for the strength and reliability of the elements of the designs of the device. Developed measures that meet the requirements of occupational safety and provide recommendations for installation and operation. The feasibility study on the modernization of the developed device was carried out. The level of standardization and unification of the developed apparatus is estimated, the development of the manufacturing process of the manufacture of the component (cap) and the schemes of automatic control of the technological process of the installation have been carried out.

The modernization of the distillation column was carried out, which consists in increasing the intensity of the mass transfer on contact devices and facilitating the regulation of the mass transfer process. This allowed to increase the efficiency of each plate, and accordingly reduced the cost of manufacturing ethylene glycol. As well, it raised the quality of the product obtained by increasing the concentration of

					ЛН-51.066231.001ПЗ	Арк.
Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата		

ethylene glycol at the exit of the column, due to the possibility of regulating the inter-table distance in the selection zone of the finished product.

As a result of modernization, we have received a significant increase in annual productivity and product quality improvement with a change in prices, resulting in an economic effect of UAH 9662. for a year

The graphic part of the work consists of one posters, four drawings of A2 format and seven drawings of A1 format containing the technological scheme of the department for the preparation of ethylene glycol, as well as assembly drawings of the distillation column, plates, supports of the distillation column, kings, covers.

According to the results of the work, an application was filed for a useful model of the tunnel-cap dish of the distillation column.

					ЛН-51.066231.001ПЗ	Арк.
Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата		

Перелік посилань

1. Александров И.А. Ректификационные и абсорбционные аппараты. Методы расчета и основы конструирования – М.: Химия, 1971. – 296 с.
2. Михалев М. Ф. и др. Расчет и конструирование машин и аппаратов химических производств. – Л.: Машиностроению, 1984.
3. Андреев І. А., Зубрій О. Г., Мікульонок І. О. Застосування матеріалів у хімічному машинобудуванні. Сталі й чавуни: Навч. посібник. – К.: ІЗМН, 1999. – 148 с.
4. Пат. WO2019034577A1 МПКВ01D3/20, B01D 3/22.Rectifikation column / Dortmund Lang // Оpubл. 21.02.2019
5. Пат. CN109628141A МПКВ01D3/20, B01D 3/22.Rectifikation column / Zhang Yulong // Оpubл. 16.04.2019
6. Пат. RU2682330C1 WO2019034577A1 МПКВ01D3/20, B01D 3/22.Rectifikation column / Олег Валентинович Перерва // Оpubл. 19.03.2019
7. Пат. UA127769U МПКВ01D3/20, B01D 3/22.Rectifikation column / Руслан Віталійович Кичак // Оpubл. 27.08.2018
8. Пат. UA132434U МПКВ01D3/20, B01D 3/22.Rectifikation column / Всеволод Сергійович Камінський // Оpubл. 25.02.2019
9. Теплові процеси та апарати хімічних і нафтопереробних виробництв: Розділ перший. Теплопередача: Навч. посібник / Ю.Ю. Лукач, І.О. Мікульонок, Г.Л. Рябцев, М.В. Сезонов. – К.: НМЦВО, 2000. – 172 с.
10. Дытнерский Ю.И. Процессы и аппараты химической технологии: Учебник для вузов. В 2-х частях. – М.: Химия, 1995.
11. Павлов К.Ф., Романков П.Г., Носков В.Н. Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов химической технологии. – Л.: Химия, 1987. – 576 с.
12. Касаткин А.Г. Основные процессы и аппараты химической технологии.– М.: Химия, 1973. – 752 с.
13. Цыганков П.С., Цыганков С.П. Руководство по ректификации спирта.– М.: Пищепромиздат, 2001. – 400 с.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

14. Лазинский А. А., Толчинский А. Р. Основы конструирования и расчета химической аппаратуры – Л.: Машиностроение, 1970. – 752 с.
15. Плановский А.Н., Николаев П.И. Процессы и аппараты химической и нефтехимической технологии. – М.: Химия, 1987. – 490 с.
16. ГОСТ 14249-89. Сосуды и аппараты. Нормы и методы расчета на прочность.
17. ГОСТ 24755-89 Сосуды и аппараты. Нормы и методы расчета на прочность укрепления отверстий.
18. Задольський А.М., Щаповаленко О.О. Методичні вказівки до виконання економічної частини дипломних проектів бакалаврів. Київ, 2010.
19. Методичні вказівки до виконання економічного розділу дипломних проектів ОКР «Спеціаліст» для студентів інженерно-хімічного факультету / Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут», кафедра міжнародної економіки / укладачі Задольський А.М., Боклан Н.С. – Київ : НТУУ «КПІ», 2014. – 19 с.

Зм	Арк.	№ Докум.	Підпис	Дата

ЛН-51.066231.001ПЗ

Арк.

Додаток А
Документація патентного дослідження

					ЛН51.066231.000 ПЗ	Арк.
						92
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

Додаток А. Патентний пошук.

Для знаходження об'єктів порівняння та перевірки патентної чистоти конструкції проведений патентний пошук.

РЕГЛАМЕНТ ПОШУКУ № ЛН51.066231РП

Найменування теми *Ректифікаційна колона*

шифр теми *ЛН51. 066231*

Етап *Проектування апарата та його основних частин*

Номер, дата завдання на проведення патентних досліджень
ЛН51. 066231 .

Обґрунтування регламенту пошуку **Предмет пошуку:** - *ректифікаційна колона (Об'єктом пошуку є винаходи та корисні моделі) .*

Мета пошуку інформації – визначення патентної ситуації щодо ректифікаційних колон (визначення патентноздатності проєктованого апарату і визначення тенденцій розвитку даного напрямку в техніці).

Визначення держав пошуку. *Встановлюємо такі держави пошуку: Україна, Російська Федерація, СРСР, США, Велика Британія, Німеччина, Франція, Японія, Канада, Швейцарія.*

Ретроспективність. *Термін дії патенту на винахід в Україні – 20 років, на корисну модель- броків, тому регламент пошуку встановлюємо такий: 2018–2019р.р .*

Класифікаційні індекси. *Міжнародна патентна класифікація: МПКВ01D 3/20, В01D 3/22*

Уніфікована десяткова класифікація *УДК 664.3*

Джерела інформації. *1) Патентна інформація: описи до винаходів, офіційні бюлетені Укрпатенту, Роспатенту і Госпатенту СРСР, 2) Науково-технічна інформація: монографії з тепломасообмінних процесів, підручники й навчальні посібники з курсу процесів та апаратів хімічних технологій .*

Початок пошуку *02.02.2019* **Закінчення пошуку** *02. 05. 2019.*

Довідка про пошук № *ЛН51. 066231 ДП*

Завдання на проведення патентних досліджень *ЛН51. 066231. 000*

(номер, дата)

Етап - Проектування апарата та його складових частин.

Номер, дата, завдання на проведення патентних досліджень

ЛН51. 09. 19. 02. 2018 .

Номер, дата регламенту пошуку ЛН51. 066231 РП 02. 02. 2019,

Початок пошуку 02. 02. 2019 Закінчення пошуку 2. 05. 2019.

Таблиця А. 1 – Регламент пошуку (форма А. 1 згідно ДСТУ 3575-97)

Предмет пошуку (ОГД, його складові частини)	Мета пошуку інформації	Держава пошуку	Класифікаційні індекси	Ретро-спективність пошуку	Джерела інформації
Масообміний апарат	Визначення патентно-здатності проектного апарата й тенденції розвитку цього напрямку в техніці	Україна, РФ, Велика Британія, Німеччина, США.	<u>МПКВ01D</u> <u>3/20, B01D</u> <u>3/22</u>	2017–2018	<p>Основные процессы и аппараты химической технологии. М. : Химия, 1973. 756 с</p> <p>Основные процессы и аппараты химической технологии: Пособие по проектированию. /Г. С. Борисов, В. П. Брыков, Ю. И. Дытнерский и др/ под ред Ю. И Дытнерского М. :Химия, 1991. - 496 с</p> <p>Процеси та обладнання хімічної технології</p> <p>/Я. М. Корнієнко, І. О. Мікульонок, та інші. / НТУУ «КПІ», 2011. Ч. 1 – 300 с. ; Ч. 2 – 416 с.</p>

Таблиця А. 2. – Джерела інформації, які використані під час патентного пошуку

Предмет пошуку (ОГД, його складові частини)	Держава пошуку	Класифікаційні індекси	Інформаційна база, яка використана під час пошуку	Бібліографічні дані першого та останнього за хронологією джерела інформації	
				патентна інформація	інша науково-технічна інформація
1	2	3	4	5	6
Масообмінний апарат	Україна, РФ, Велика Британія, Німеччина, США.	<u>МПКВ</u> <u>01D3/20</u> , <u>B01D3/22</u>	Фонд НТУУ “КПІ” Державний патентний фонд бази даних об’єктів промислової власності, до яких надається безкоштовний доступ в Інтернеті http://www.patents.google.com/ http://www.findpatent.ru/ http://freepatent.ru/ http://uapatent.com/	Описи винаходів патентів України №№ 1-60000. Описи корисних моделей патентів України №№ 1-2000. Описи винаходів патентів Російської Федерації №№ 2000000-2180000. Офіційний бюлетень "Промислова власність" Офіційні бюлетені "Открытия. Изобретения",	Журнали "Химическо, нефтеперерабатывающее и полимерное машиностроение", "Тепломасообмен" УРЖ "Хімічна промисловість України" Процеси та обладнання хімічної технології /Я. М. Корнієнко, І. О. Мікульонок, та інші. / НТУУ «КПІ», 2011. Ч. 1 – 300 с. ; Ч. 2 – 416 с.

Таблиця А. 3 – Винаходи, що відібрані для аналізу.

Назва апарата	Документи на об'єкти промислової власності	
	Бібліографічні дані	Відомості щодоїхньої дії
1	2	3
Ректифікаційна колона поділу C11-C25 мономера N – алканів	Пат. CN109628141A МПКВ01D3/20, B01D 3/22.Rectifikation column / Zhang Yulong // Оpubл. 16.04.2019	Діє
Ректифікаційна колона отримання н – бутилакрилата	Пат. WO2019034577A1 МПКВ01D3/20, B01D 3/22.Rectifikation column / Dortmund Lang // Оpubл. 21.02.2019	Діє
Ректифікаційна колона	Пат. RU2682330C1 WO2019034577A1 МПКВ01D3/20, B01D 3/22.Rectifikation column / Олег Валентинович Перерва // Оpubл. 19.03.2019	Діє
Ректифікаційна колона	Пат. UA127769U МПКВ01D3/20, B01D 3/22.Rectifikation column / Руслан Віталійович Кичак // Оpubл. 27.08.2018	Діє
Насадкова ректифікаційна колона	Пат. UA132434U МПКВ01D3/20, B01D 3/22.Rectifikation column / Всеволод Сергійович Камінський // Оpubл. 25.02.2019	Діє

Висновок: у результаті проведеного патентного дослідження встановлено, що пропонований апарат і його складові частини відповідають

умовам патентної чистоти винаходу (корисної моделі) через те, що усі суттєві ознаки найближчих аналогів не використано в проектних апаратах.

Додаток Б
Патенти, які використовувались в патентному дослідженні

					ЛН51.066231.000 ПЗ	Арк.
						98
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109628141 A

(43)申请公布日 2019.04.16

(21)申请号 201910084437.0

(22)申请日 2019.01.29

(71)申请人 中科合成油技术有限公司

地址 101407 北京市怀柔区雁栖开发区C区
乐园南二街1号中科合成油研发基地

(72)发明人 张宇 龙爱斌 陈彪 高军虎
耿春宇 张丽 郝栩 董根全
杨勇 李永旺

(74)专利代理机构 北京信慧永光知识产权代理
有限责任公司 11290

代理人 董世豪 张淑珍

(51)Int.Cl.

C10G 53/02(2006.01)

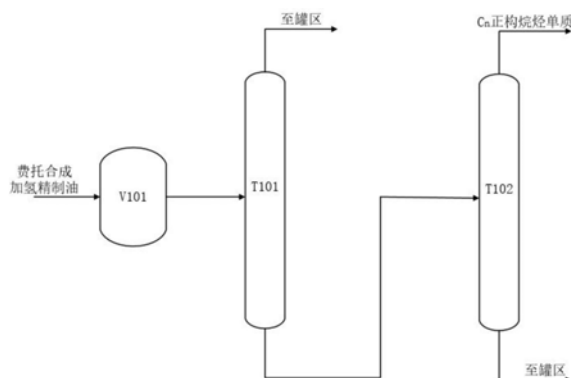
权利要求书2页 说明书16页 附图1页

(54)发明名称

一种由费托合成加氢精制油分离单体正构烷烃的方法

(57)摘要

本发明的目的在于提供一种由费托合成加氢精制油分离C11至C25单体正构烷烃的方法,该方法将费托合成加氢精制油进料至并联设置的1套或多套第一精馏塔和第二精馏塔进行分离,从而得到目标单体正构烷烃。本发明的方法根据待分离的目标产品的数量而建立相应套数的精馏设备,分离过程简单和灵活,设备投资小,工艺操作灵活且技术难度低;通过本发明的方法能够分离得到高纯度的单体正构烷烃,附加值高,具有良好的成本收益比。



1. 一种由费托合成加氢精制油分离C11至C25单体正构烷烃的方法,其中,所述方法包括以下步骤:

(1) 将所述费托合成加氢精制油进料至第一精馏塔中,在所述第一精馏塔的塔顶脱除碳数小于目标单体正构烷烃的正构烷烃以及碳数小于等于所述目标单体正构烷烃的异构烷烃,并在所述第一精馏塔的塔釜得到包含所述目标单体正构烷烃的物流;

(2) 将所述物流从第一精馏塔进料至第二精馏塔,在所述第二精馏塔的塔顶收集作为所述目标单体正构烷烃的C11至C25单体正构烷烃中的一种;

其中,相对于期望同时分离的所述目标单体正构烷烃的数量N,并联设置有N套所述第一精馏塔和所述第二精馏塔,每套所述第一精馏塔和所述第二精馏塔用于分离所述目标单体正构烷烃中的一种。

2. 如权利要求1所述的方法,其中,所述费托合成加氢精制油通过如下获得:使来自费托合成单元的费托合成产品进入加氢精制单元进行加氢处理,收集得到的常压分馏塔侧线产物和/或减压分馏塔侧线产物作为所述费托合成加氢精制油。

3. 如权利要求1或2所述的方法,其中,所述费托合成加氢精制油选自:作为所述常压分馏塔侧线产物的常一线油、常二线油,和/或作为所述减压分馏塔侧线产物的减一线油、减二线油、减三线油。

4. 如权利要求1-3中任一项所述的方法,其中,在向所述第一精馏塔进料之前,将所述费托合成加氢精制油进料至缓冲罐进行预热,得到预热后的费托合成加氢精制油;

优选地,将所述费托合成加氢精制油预热至100℃~150℃。

5. 如权利要求1-4中任一项所述的方法,其中,在所述步骤(1)中,所述第一精馏塔为常压精馏塔或减压精馏塔;

优选地,所述第一精馏塔的进料位置为其中的塔板的自上到下的2/5~3/4处;

另外优选地,所述第一精馏塔的塔板数为40~120,回流比为3~10,塔顶操作压力为-100kPaG~10kPaG,塔顶操作温度为145℃~285℃,塔釜控制温度为205℃~325℃;

进一步优选地,所述第一精馏塔的塔板数为60~105,回流比为3~10,塔顶操作压力为-90kPaG~0kPaG,塔顶操作温度为165℃~280℃,塔釜控制温度为215℃~325℃。

6. 如权利要求1-5中任一项所述的方法,其中,在所述步骤(2)中,所述第二精馏塔为常压精馏塔或减压精馏塔;

优选地,所述第二精馏塔的进料位置为其中的塔板的自上到下的9/20~9/16处;

另外优选地,所述第二精馏塔的塔板数为40~120,回流比为4~20,塔顶操作压力为-100kPaG~10kPaG,塔顶操作温度为170℃~330℃,塔釜控制温度为210℃~335℃;

进一步优选地,所述第二精馏塔的塔板数为40~120,回流比为4~20,塔顶操作压力为-90kPaG~0kPaG,塔顶操作温度为190℃~320℃,塔釜控制温度为225℃~335℃。

7. 如权利要求1-6中任一项所述的方法,其中,在所述步骤(2)中,将所述物流从所述第一精馏塔进料至进一步设置在所述第一精馏塔和第二精馏塔之间的第三精馏塔,在所述第三精馏塔的塔顶得到富集物流,并将所述富集物流进料至所述第二精馏塔。

8. 如权利要求7所述的方法,其中,将所述第三精馏塔的塔釜中生成的碳数大于所述目标单体正构烷烃的正构烷烃以及异构烷烃作为所述第三精馏塔的塔釜产物。

9. 如权利要求7或8所述的方法,其中,所述第三精馏塔为常压精馏塔或减压精馏塔;

优选地,所述第三精馏塔的进料位置为其中的塔板的自上到下的2/5~3/5处;

另外优选地,所述第三精馏塔的塔板数为10~80块,回流比为3~10,塔顶操作压力为-90kPaG~0kPaG,塔顶操作温度为120℃~180℃,塔釜控制温度为150℃~195℃;

进一步优选地,所述第三精馏塔的塔板数为10~20块,回流比为3~7,塔顶操作压力为-90kPaG~-80kPaG,塔顶操作温度为130℃~150℃,塔釜控制温度为160℃~175℃。

10.如权利要求7-9中任一项所述的方法,其中,所述方法进一步包括将所述第一精馏塔的塔顶产物、所述第三精馏塔的塔釜产物和/或所述第二精馏塔的塔釜产物送至油品罐区。

一种由费托合成加氢精制油分离单体正构烷烃的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种分离单体正构烷烃的方法,特别涉及一种由费托合成加氢精制油分离C11至C25单体正构烷烃的方法。

背景技术

[0002] 正构烷烃是指没有支链的饱和烷烃。正构烷烃适用于生产直链烷基苯、氯化石蜡、月桂酸、巴西酸、长链二元酸等,广泛应用于日化用品、润滑油、尼龙制造、油粘合剂、油墨涂料等领域。

[0003] 现阶段主要以石油为原料,采用尿素脱蜡、分子筛吸附等方法,结合精馏来得到不同碳数的正构烷烃单体。

[0004] 尿素脱蜡主要原理是尿素与正构烷烃形成固体络合物,经过络合、沉降、分离、加热等步骤,最终分离得到正构烷烃。在此过程中,根据尿素使用的形态,可以分为干法脱蜡和湿法脱蜡。干法脱蜡是把固体尿素与活化剂(例如乙醇)加入到待脱蜡油品中;湿法脱蜡是把饱和尿素溶液与活化剂(例如异丙醇)加入到待脱蜡油品中。最终得到的产物为正构烷烃混合物,该过程仅用于分离正构烷烃与异构烷烃。中国石油化工股份有限公司抚顺石油化工研究院开发了IUDW尿素脱蜡技术,该技术是以异丙醇为活性剂,以管道为络合反应器,采用旋转刮刀和逆流洗涤的方法进行脱蜡,该脱蜡技术在国内的炼厂被广泛采用(中外能源,2014,19(10):79-82)。

[0005] 分子筛吸附分离正构烷烃是利用分子筛选择性吸附特性,将正构烷烃与异构烷烃进行分离。目前吸附剂应用最多的为5A分子筛,分子筛拥有0.52nm的均一的微孔直径,可吸附略小的正构烷烃分子;脱附剂主要为小分子气体,如N₂、H₂等。目前,工业上已经实现以石脑油为原料,采用5A分子筛固定床工艺,通过多塔加温变压吸附流程得到正构烷烃混合物;再结合精馏过程可以得到高纯度的正构烷烃单体。

[0006] 然而,以石油为原料分离正构烷烃,不可避免地会含有芳烃、环烷烃、硫、氮等杂质,分离难度大,提升了能耗的同时也增加了设备的投资。由于石油中少量有害杂质很难分离干净,因此分离得到的产品也对环境存在不同程度的危害。

[0007] 与石油不同的是,费托合成产品主要由正构烷烃、正构烯烃、异构烷烃和少量含氧化合物组成,芳烃环烷烃含量极低,且不含硫、氮等杂质。相比传统的石油路线的正构烷烃生产工艺,以费托合成产品为原料生产单体正构烷烃具有显著的成本优势和更高的品质,适合分离得到单体正构烷烃。费托合成产品的特点使得分离正构烷烃变得更可行。本领域在这方面进行了一些研究,例如,专利文献CN106699501A公开了一种生产单体正构烷烃的方法,该方法以费托合成油为原料通过串联的多塔精馏连续切割出LPG、C5~C10,该技术路线存在连续分离操作难度大、操作不够灵活的问题,且分离产品主要为C5~C10单体正构烷烃,产品用途受限。对于大于C10的单体正构烷烃的分离而言,能耗高,技术难度更大,且现有的分离技术得到产物的纯度较低(往往作为混合的溶剂油分离出,而非单体的烷烃)。

[0008] 因此,对于从费托合成产品来工业化分离得到C11至C25的单体正构烷烃而言,目

前仍然有待研究。

发明内容

[0009] 针对上述技术问题,本发明的目的在于提供一种新型的分离C11至C25单体正构烷烃的方法,该方法的原料为费托合成加氢精制油,采用精馏得到单体正构烷烃,产品纯度高(产品质量百分含量可高达99wt%以上)。本发明的优势在于能够分离得到高纯度单体正构烷烃,技术过程无污染;工艺技术路线简单,设备投资小,操作灵活且技术难度低。

[0010] 本发明涉及一种由费托合成加氢精制油分离C11至C25单体正构烷烃的方法,其中,所述方法包括以下步骤:

[0011] (1)将所述费托合成加氢精制油进料至第一精馏塔中,在所述第一精馏塔的塔顶脱除碳数小于目标单体正构烷烃的正构烷烃以及碳数小于等于所述目标单体正构烷烃的异构烷烃,并在所述第一精馏塔的塔釜得到包含所述目标单体正构烷烃的物流;

[0012] (2)将所述物流从第一精馏塔进料至第二精馏塔,在所述第二精馏塔的塔顶收集作为所述目标单体正构烷烃的C11至C25单体正构烷烃中的一种;

[0013] 其中,相对于期望同时分离的所述目标单体正构烷烃的数量N,并联设置有N套所述第一精馏塔和所述第二精馏塔,每套所述第一精馏塔和所述第二精馏塔用于分离所述目标单体正构烷烃中的一种。

[0014] 本发明的方法主要用于生产C11至C25单体正构烷烃,工艺技术路线简单,设备投资小,操作难度低;与现有技术相比,本发明的目标产品纯度高(可高达99wt%以上),附加值高,可生产石化领域难以生产的C11至C25单体正构烷烃产品。而且,还可进一步地将分离目标单体正构烷烃后的副产的油品直接送入下游单元作为原料使用,生产技术过程无污染,且提高了成本效益比。并且,本发明所述的方法中,一套精馏设备(包含串联的第一精馏塔和第二精馏塔)只分离一种产品,可根据待同时分离的目标产品的数量N(取决于待分离的原料和实际的产品需求)而建立相应套数(即N套)的精馏设备,从而使得分离过程更加简单和灵活,而不用一次设置过多精馏塔(即,可根据期望分离的正构烷烃数量而灵活调整)。

附图说明

[0015] 图1为本发明的一个示例性的实施方式的工艺流程的示意图。

[0016] 图2为本发明的另一示例性的实施方式的工艺流程的示意图。

[0017] 在所述图1和图2中,各附图标记分别表示:V101为缓冲罐,T101为第一精馏塔、T102为第二精馏塔以及T103为第三精馏塔。

具体实施方式

[0018] 为更好地理解本发明,下面结合如下的示例性的实施方式对本发明进行进一步阐述,但这些实施方式不应理解为对本发明的任何限制。

[0019] 在本发明中,除非另外特别指明,C_n单体正构烷烃(也称为“正构烷烃单质”)是指其碳数n大于等于11且小于等于25的正构烷烃的单体。

[0020] 在本发明中,除非另外特别指明,术语“目标单体正构烷烃”可指C11至C25单体正构烷烃中的一种或多种。表述“碳数小于目标单体正构烷烃的正构烷烃以及碳数小于等于

目标单体正构烷烃的异构烷烃”是指具有小于期望得到的目标单体正构烷烃的碳数的正构烷烃以及小于等于期望得到的目标单体正构烷烃的碳数的异构烷烃,例如,当目标单体正构烷烃为C₁₁的单体正构烷烃时,碳数小于目标单体正构烷烃的正构烷烃以及碳数小于等于目标单体正构烷烃的异构烷烃是指其碳数小于C₁₁的正构烷烃以及碳数小于等于C₁₁的异构烷烃(即,C₁₀正构烷烃以及C₁₁异构烷烃)。

[0021] 在一个实施方式中,本发明涉及一种由费托合成加氢精制油分离C₁₁至C₂₅单体正构烷烃的方法,其中,所述方法包括以下步骤:

[0022] (1) 将所述费托合成加氢精制油进料至第一精馏塔中,在所述第一精馏塔的塔顶脱除碳数小于目标单体正构烷烃的正构烷烃以及碳数小于等于所述目标单体正构烷烃的异构烷烃,并在所述第一精馏塔的塔釜得到包含所述目标单体正构烷烃的物流;

[0023] (2) 将所述物流从第一精馏塔进料至第二精馏塔,在所述第二精馏塔的塔顶收集作为所述目标单体正构烷烃的C₁₁至C₂₅单体正构烷烃中的一种;

[0024] 其中,相对于期望同时分离的所述目标单体正构烷烃的数量N,并联设置有N套所述第一精馏塔和所述第二精馏塔,每套所述第一精馏塔和所述第二精馏塔用于分离所述目标单体正构烷烃中的一种。

[0025] 在优选的实施方式中,所述费托合成加氢精制油通过如下获得:使来自费托合成单元的费托合成产品进入加氢精制单元进行加氢处理(可采用本领域已知的任何常规手段和条件进行加氢处理),收集得到的常压分馏塔侧线产物和/或减压分馏塔侧线产物作为费托合成加氢精制油。所述费托合成加氢精制油包含的烷烃全部为饱和烷烃,其中正构烷烃的含量为85wt%~96wt%,其它的为异构烷烃。

[0026] 在一些优选的实施方式中,所述费托合成加氢精制油可选自:作为常压分馏塔侧线产物的常一线油、常二线油,和/或作为减压分馏塔侧线产物的减一线油、减二线油、减三线油。所述费托合成加氢精制油可根据侧线产物的不同而具有不同的烷烃碳数分布,具体组成示于如下表1中。可依据期望的目标单体正构烷烃而选择上述任一种或多种侧线产物作为费托合成加氢精制油原料,并对其进行精馏处理,从而得到C₁₁至C₂₅单体正构烷烃中的任一种或多种。

[0027] 在优选的实施方式中,在向所述第一精馏塔进料之前,将所述费托合成加氢精制油进料至缓冲罐进行预热,得到预热后的费托合成加氢精制油。在进一步优选的实施方式中,将所述费托合成加氢精制油预热至100℃~150℃。

[0028] 在本发明中,所述N可表示1~15中的任意一个整数,例如1、2、3、4、5、6、7、8、9、10、11、12、13、14或15。可根据待同时分离的单体正构烷烃的数量,确定精馏设备(包括第一精馏塔和第二精馏塔)的相应套数。例如,当需要同时分离C₁₁至C₁₅的单体正构烷烃时,需要设置5套第一精馏塔和第二精馏塔;而当需要先后分离C₁₁至C₁₅的单体正构烷烃(即,一次仅需分离一种单体正构烷烃)时,可以仅设置一套第一精馏塔和第二精馏塔,从而能够根据实际生产的需要,而灵活地调整相应的工艺体系。

[0029] 在优选的实施方式中,在步骤(1)中,所述第一精馏塔为常压精馏塔或减压精馏塔。

[0030] 在优选的实施方式中,在步骤(1)中,所述第一精馏塔的进料位置为其中的塔板的自上到下的2/5~3/4处。

[0031] 在优选的实施方式中,在步骤(1)中,所述第一精馏塔的塔板数为40~120,回流比为3~10,塔顶操作压力为-100kPaG~10kPaG,塔顶操作温度为145℃~285℃,塔釜控制温度为205℃~325℃。更优选地,在步骤(1)中,所述第一精馏塔的塔板数为60~105,回流比为3~10,塔顶操作压力为-90kPaG~0kPaG,塔顶操作温度为165℃~280℃,塔釜控制温度为215℃~325℃。

[0032] 在优选的实施方式中,在步骤(2)中,所述第二精馏塔为常压精馏塔或减压精馏塔。

[0033] 在优选的实施方式中,在步骤(2)中,所述第二精馏塔的进料位置为其中的塔板的自上到下的9/20~9/16处。

[0034] 在优选的实施方式中,在步骤(2)中,所述第二精馏塔的塔板数为40~120,回流比为4~20,塔顶操作压力为-100kPaG~10kPaG,塔顶操作温度为170℃~330℃,塔釜控制温度为210℃~335℃。更优选地,在步骤(2)中,所述第二精馏塔的塔板数为40~120,回流比为4~20,塔顶操作压力为-90kPaG~0kPaG,塔顶操作温度为190℃~320℃,塔釜控制温度为225℃~335℃。

[0035] 在优选的实施方式中,在步骤(2)中,将所述物流从第一精馏塔进料至进一步设置在所述第一精馏塔和第二精馏塔之间的第三精馏塔,在所述第三精馏塔的塔顶得到富集物流,并将所述富集物流进料至所述第二精馏塔。优选地,所述第三精馏塔为常压精馏塔或减压精馏塔。所述第三精馏塔作为产品富集塔可用来提高待分馏的物流中的目标正构烷烃的浓度,从而降低第二精馏塔的分离难度,从第三精馏塔的塔顶可以粗分出富集目标正构烷烃的物流。另外优选地,将第三精馏塔的塔釜中生成的碳数大于目标单体正构烷烃的正构烷烃以及异构烷烃(即,重组分)作为第三精馏塔的塔釜产物送出。

[0036] 在进一步优选的实施方式中,所述第三精馏塔的进料位置为其中的塔板的自上到下的2/5~3/5处。

[0037] 在进一步优选的实施方式中,所述第三精馏塔的塔板数为10~80块,回流比为3~10,塔顶操作压力为-90kPaG~0kPaG,塔顶操作温度为120℃~180℃,塔釜控制温度为150℃~195℃。更优选地,所述第三精馏塔的塔板数为10~20块,回流比为3~7,塔顶操作压力为-90kPaG~-80kPaG,塔顶操作温度为130℃~150℃,塔釜控制温度为160℃~175℃。

[0038] 作为示例,例如当分离C11单体正构烷烃时,所述第一精馏塔的进料位置为其中的塔板的自上到下的1/2~3/4处;所述第一精馏塔的塔板数为40~60,回流比为3~6,塔顶操作压力为-50kPaG~10kPaG,塔顶操作温度为145℃~185℃,塔釜控制温度为205℃~230℃;并且,所述第二精馏塔的进料位置为其中的塔板的自上到下的9/20~9/16处;所述第二精馏塔的塔板数为40~80,回流比为4~8,塔顶操作压力为-50kPaG~10kPaG,塔顶操作温度为170℃~220℃,塔釜控制温度为210℃~250℃。

[0039] 作为示例,例如当分离C12单体正构烷烃时,所述第一精馏塔的进料位置为其中的塔板的自上到下的1/2~3/4处;所述第一精馏塔的塔板数为50~70,回流比为3~6,塔顶操作压力为-50kPaG~10kPaG,塔顶操作温度为170℃~200℃,塔釜控制温度为210℃~250℃;所述第二精馏塔的进料位置为其中的塔板的自上到下的9/20~9/16处;所述第二精馏塔的塔板数为40~80,回流比为4~8,塔顶操作压力为-50kPaG~10kPaG,塔顶操作温度为200℃~240℃,塔釜控制温度为220℃~260℃;并且,所述第三精馏塔的进料位置为其中的

塔板的自上到下的2/5~3/5处,所述第三精馏塔的塔板数为10~20块,回流比为3~7,塔顶操作压力为-90kPaG~-80kPaG,塔顶操作温度为130℃~150℃,塔釜控制温度为160℃~175℃。

[0040] 作为示例,例如当分离C25单体正构烷烃时,所述第一精馏塔的进料位置为其中的塔板的自上到下的2/5~3/4处;所述第一精馏塔的塔板数为60~100,回流比为6~10,塔顶操作压力为-90kPaG~-50kPaG,塔顶操作温度为145℃~185℃,塔釜控制温度为205℃~230℃;并且,所述第二精馏塔的进料位置为其中的塔板的自上到下的9/20~9/16处;所述第二精馏塔的塔板数为40~80,回流比为4~8,塔顶操作压力为-50kPaG~10kPaG,塔顶操作温度为230℃~280℃,塔釜控制温度为300℃~325℃。

[0041] 另外,当分离C13~C24单体正构烷烃时,本领域技术人员基于上文和实施例的示例性记载可以选择合适的精馏条件。

[0042] 在优选的实施方式中,所述方法进一步包括将所述第一精馏塔的塔顶产物、所述第三精馏塔的塔釜产物和/或所述第二精馏塔的塔釜产物送至油品罐区(例如柴油罐区),从而收集副产的油品,以进一步提高成本效益比。

[0043] 通过本发明所述的方法,将所述费托合成加氢精制油经精馏处理后,可以分别得到C11至C25的正构烷烃单体,并且正构烷烃单体纯度可以不低于95wt%、优选不低于97wt%、更优选不低于99wt%。

[0044] 对于所述第一精馏塔、所述第二精馏塔和/或所述第三精馏塔而言,当目标产品的沸点较高时(例如,第二精馏塔的塔顶目标产品的沸点高于250℃~300℃),可优选将所述第一精馏塔、所述第二精馏塔和/或所述第三精馏塔选择为减压精馏塔,由此可通过减压精馏进行处理,从而能够降低操作温度,防止塔釜中的精馏的原料因热裂解而变质。

[0045] 本发明方法主要用于从原料中按照实际需求来分离特定的一种或多种单体正构烷烃,分离后的剩余产品可直接进入下游单元(例如油品罐区)作为原料使用,生产技术过程无污染;工艺技术路线简单,设备投资小,操作难度低,产品纯度高。与现有技术相比,本发明产品主要为C11至C25单体正构烷烃,目标产品纯度高,附加值高,可生产石化领域难以生产的大于C10的重组分的单体正构烷烃产品。并且,本发明所述的方法中,可根据待同时分离的目标产品的数量而建立相应套数的精馏设备,从而使得分离过程更加简单和灵活,而避免一次设置过多精馏塔而造成资源浪费。

[0046] 实施例

[0047] 下面通过具体实施例对本发明进行说明,但本发明并不局限于此。

[0048] 下述实施例中所使用的实验方法如无特殊说明,均为常规方法;下述实施例中所用的试剂、材料和装置等,如无特殊说明,均可从商业途径得到或可由本领域技术人员根据本领域的普通技术知识而制备得到。

[0049] 实施例1

[0050] 以常一线油作为原料费托合成加氢精制油,先后分别分离其中的C11~C14单体正构烷烃。常一线油组成见表1,所述分离按照图1示出的流程进行。

[0051] 将常一线油进料至缓冲罐V101中预热至温度为100℃。

[0052] 1-1 C11单体正构烷烃的分离

[0053] 将预热后的常一线油从缓冲罐V101进料至第一精馏塔T101(常压精馏塔),第一精

馏塔T101的进料位置为自上到下第40块板,塔板数为60,回流比为5,塔顶操作压力为0kPaG;第一精馏塔T101的塔顶操作温度为167.8℃,塔釜控制温度为216.9℃。

[0054] 从第一精馏塔T101的塔顶馏出碳数小于C11的正构烷烃和碳数小于等于C11的异构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C11正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第二精馏塔T102(常压精馏塔)。第二精馏塔T102的进料位置为自上到下第35块板,塔板数为70,回流比为5,塔顶操作压力为0kPaG;第二精馏塔T102的塔顶操作温度为193.5℃,塔釜控制温度为229.0℃。

[0055] 从第二精馏塔T102的塔顶馏出C11的单体正构烷烃(其组成见表2),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101的塔顶产物和第二精馏塔T102的塔釜产物送入柴油罐区。

[0056] 1-2 C12单体正构烷烃的分离

[0057] 将预热后的常一线油从缓冲罐V101进料至第一精馏塔T101(常压精馏塔),第一精馏塔T101的进料位置为自上到下第45块板,塔板数为60,回流比为5,塔顶操作压力为0kPaG;第一精馏塔T101的塔顶操作温度为185.5℃,塔釜控制温度为230.0℃。

[0058] 从第一精馏塔T101的塔顶馏出碳数小于C12的正构烷烃和碳数小于等于C12的异构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C12正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第二精馏塔T102(常压精馏塔)。第二精馏塔T102的进料位置为自上到下第30块板,塔板数为60,回流比为5,塔顶操作压力为0kPaG;调整第二精馏塔T102的塔顶操作温度为214.4℃,塔釜控制温度为242.4℃。

[0059] 从第二精馏塔T102的塔顶馏出C12的单体正构烷烃(其组成见表3),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101的塔顶产物和第二精馏塔T102的塔釜产物送入柴油罐区。

[0060] 1-3 C13单体正构烷烃的分离

[0061] 将预热后的常一线油从缓冲罐V101进料至第一精馏塔T101(常压精馏塔),第一精馏塔T101的进料位置为自上到下第45块板,塔板数为60,回流比为3,塔顶操作压力为0kPaG;第一精馏塔T101的塔顶操作温度为195.1℃,塔釜控制温度为243.7℃。

[0062] 从第一精馏塔T101的塔顶馏出碳数小于C13的正构烷烃和碳数小于等于C13的异构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C13正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第二精馏塔T102(常压精馏塔)。第二精馏塔T102的进料位置为自上到下第30块板,塔板数为60,回流比为6,塔顶操作压力为0kPaG;调整第二精馏塔T102的塔顶操作温度为234.0℃,塔釜控制温度为255.9℃。

[0063] 从第二精馏塔T102的塔顶馏出C13的单体正构烷烃(其组成见表4),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101的塔顶产物和第二精馏塔T102的塔釜产物送入柴油罐区。

[0064] 1-4 C14单体正构烷烃的分离

[0065] 将预热后的常一线油从缓冲罐V101进料至第一精馏塔T101(常压精馏塔),第一精馏塔T101的进料位置为自上到下第45块板,塔板数为60,回流比为3,塔顶操作压力为0kPaG;第一精馏塔T101的塔顶操作温度为201.9℃,塔釜控制温度为257.1℃。

[0066] 从第一精馏塔T101的塔顶馏出碳数小于C14的正构烷烃和碳数小于等于C14的异构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C14正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第二精馏塔T102(常压精馏塔)。第二精馏塔T102的进料位置为自上到下第32块板,塔板数为70,回流比为8,塔顶操作压力为0kPaG;调整第二精馏塔T102的塔顶操作温度为252.3℃,塔

釜控制温度为272.4℃。

[0067] 从第二精馏塔T102的塔顶馏出C14的单体正构烷烃(其组成见表5),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101的塔顶产物和第二精馏塔T102的塔釜产物送入柴油罐区。

[0068] 实施例2

[0069] 以常一线油作为原料费托合成加氢精制油,分离其中的C12单体正构烷烃。常一线油组成见表1,所述分离按照图2示出的流程进行。

[0070] 将常一线油进料至缓冲罐V101中预热至温度为100℃。

[0071] 将预热后的常一线油从缓冲罐V101进料至第一精馏塔T101(常压精馏塔),第一精馏塔T101的进料位置为自上到下第30块板,塔板数为60,回流比为5,塔顶操作压力为0kPaG,塔顶操作温度为185.5℃,塔釜控制温度为230.0℃。

[0072] 从第一精馏塔T101的塔顶馏出小于C12的正构烷烃和碳数小于等于C12的异构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C12正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第三精馏塔T103(减压精馏塔)。第三精馏塔T103的进料位置为自上到下第8块板,塔板数为16块,回流比为5,塔顶操作压力为-87kPaG,塔顶操作温度为147.1℃,塔釜控制温度为170.8℃。

[0073] 从第三精馏塔T103的塔顶馏出高浓度的包含C12正构烷烃的混合物作为塔顶产物(即,富集物流),从塔釜生成碳数大于C12的正构烷烃以及异构烷烃(即,塔釜产物)。将第三精馏塔T103的塔顶产物进料至第二精馏塔T102(常压精馏塔),第二精馏塔T102的进料位置为自上到下第20块板,塔板数为40块板,回流比为4,塔顶操作压力为0kPaG,塔顶操作温度为214.3℃,塔釜控制温度为233.5℃。

[0074] 从第二精馏塔T102的塔顶馏出C12单体正构烷烃(其组成见表6),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101的塔顶产物、第三精馏塔的塔釜产物和第二精馏塔T102的塔釜产物送入柴油罐区。

[0075] 实施例3

[0076] 以常二线油作为原料费托合成加氢精制油,同步且分别分离出其中的C15~C17单体正构烷烃。常二线油组成见表1,所述分离按照图1示出的流程进行。

[0077] 将常二线油进料至缓冲罐V101中预热至温度为120℃。

[0078] 将预热后的常二线油从缓冲罐V101分别进料至并联的第一套精馏设备(由第一精馏塔T101和第二精馏塔T102组成)、第二套精馏设备(由第一精馏塔T101'和第二精馏塔T102'组成)和第三套精馏设备(由第一精馏塔T101''和第二精馏塔T102''组成),从而用于分别分离得到C15单体正构烷烃、C16单体正构烷烃和C17单体正构烷烃。

[0079] 3-1 C15单体正构烷烃的分离

[0080] 第一精馏塔T101(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第35块板,塔板数为70,回流比为5,塔顶操作压力为-50kPaG;第一精馏塔T101的塔顶操作温度为203.6℃,塔釜控制温度为255.5℃。

[0081] 从第一精馏塔T101的塔顶馏出碳数小于C15的正构烷烃和碳数小于等于C15的异构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C15正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第二精馏塔T102。第二精馏塔T102(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第35块板,塔板数为70,回流比为6,塔顶操作压力为-50kPaG;第二精馏塔T102的塔顶操作温度为240.9℃,塔釜控制温度为264.6℃。

[0082] 从第二精馏塔T102的塔顶馏出C15的单体正构烷烃(其组成见表7),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101的塔顶产物和第二精馏塔T102的塔釜产物送入柴油罐区。

[0083] 3-2 C16单体正构烷烃的分离

[0084] 第一精馏塔T101'(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第54块板,塔板数为105,回流比为10,塔顶操作压力为-50kPaG;第一精馏塔T101'的塔顶操作温度为218.5℃,塔釜控制温度为265.6℃。

[0085] 从第一精馏塔T101'的塔顶馏出碳数小于C16的正构烷烃和碳数小于等于C16的异构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C16正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第二精馏塔T102'。第二精馏塔T102'(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第45块板,塔板数为80,回流比为10,塔顶操作压力为-50kPaG;第二精馏塔T102'的塔顶操作温度为256.3℃,塔釜控制温度为273.2℃。

[0086] 从第二精馏塔T102'的塔顶馏出C16的单体正构烷烃(其组成见表8),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101'的塔顶产物和第二精馏塔T102'的塔釜产物送入柴油罐区。

[0087] 3-3 C17单体正构烷烃的分离

[0088] 第一精馏塔T101''(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第28块板,塔板数为70,回流比为5,塔顶操作压力为-50kPaG;第一精馏塔T101''的塔顶操作温度为226.4℃,塔釜控制温度为275.5℃。

[0089] 从第一精馏塔T101''的塔顶馏出碳数小于C17的正构烷烃和碳数小于等于C17的异构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C17正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第二精馏塔T102''。第二精馏塔T102''(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第36块板,塔板数为70,回流比为10,塔顶操作压力为-70kPaG;第二精馏塔T102''的塔顶操作温度为271.2℃,塔釜控制温度为282.9℃。

[0090] 从第二精馏塔T102''的塔顶馏出C17的单体正构烷烃(其组成见表9),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101''的塔顶产物和第二精馏塔T102''的塔釜产物送入柴油罐区。

[0091] 实施例4

[0092] 以减一线油作为原料费托合成加氢精制油,同步且分别分离出其中的C18~C20单体正构烷烃。减一线油组成见表1,所述分离按照图1示出的流程进行。

[0093] 将减一线油进料至缓冲罐V101中预热至温度为130℃。

[0094] 将预热后的减一线油从缓冲罐V101分别进料至并联的第一套精馏设备(由第一精馏塔T101和第二精馏塔T102组成)、第二套精馏设备(由第一精馏塔T101'和第二精馏塔T102'组成)和第三套精馏设备(由第一精馏塔T101''和第二精馏塔T102''组成),从而用于分别分离得到C18单体正构烷烃、C19单体正构烷烃和C20单体正构烷烃。

[0095] 4-1 C18单体正构烷烃的分离

[0096] 第一精馏塔T101(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第45块板,塔板数为85,回流比为6,塔顶操作压力为-70kPaG;第一精馏塔T101的塔顶操作温度为218.9℃,塔釜控制温度为282.6℃。

[0097] 从第一精馏塔T101的塔顶馏出碳数小于C18的正构烷烃和碳数小于等于C18的异

构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C18正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第二精馏塔T102。第二精馏塔T102(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第45块板,塔板数为90,回流比为8,塔顶操作压力为-70kPaG;第二精馏塔T102的塔顶操作温度为264.6℃,塔釜控制温度为288.8℃。

[0098] 从第二精馏塔T102的塔顶馏出C18的单体正构烷烃(其组成见表10),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101的塔顶产物和第二精馏塔T102的塔釜产物送入柴油罐区。

[0099] 4-2 C19单体正构烷烃的分离

[0100] 第一精馏塔T101' (减压精馏塔)的进料位置为自上到下第42块板,塔板数为80,回流比为6,塔顶操作压力为-70kPaG;第一精馏塔T101' 的塔顶操作温度为227.8℃,塔釜控制温度为290.3℃。

[0101] 从第一精馏塔T101' 的塔顶馏出碳数小于C19的正构烷烃和碳数小于等于C19的异构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C19正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第二精馏塔T102'。第二精馏塔T102' (减压精馏塔)的进料位置为自上到下第35块板,塔板数为70,回流比为8,塔顶操作压力为-70kPaG;第二精馏塔T102' 的塔顶操作温度为277.1℃,塔釜控制温度为297.0℃。

[0102] 从第二精馏塔T102' 的塔顶馏出C19的单体正构烷烃(其组成见表11),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101' 的塔顶产物和第二精馏塔T102' 的塔釜产物送入柴油罐区。

[0103] 4-3 C20单体正构烷烃的分离

[0104] 第一精馏塔T101'' (减压精馏塔)的进料位置为自上到下第35块板,塔板数为70,回流比为10,塔顶操作压力为-70kPaG;第一精馏塔T101'' 的塔顶操作温度为235.4℃,塔釜控制温度为298.8℃。

[0105] 从第一精馏塔T101'' 的塔顶馏出碳数小于C20的正构烷烃和碳数小于等于C20的异构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C20正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第二精馏塔T102''。第二精馏塔T102'' (减压精馏塔)的进料位置为自上到下第40块板,塔板数为80,回流比为10,塔顶操作压力为-70kPaG;第二精馏塔T102'' 的塔顶操作温度为289.5℃,塔釜控制温度为305.3℃。

[0106] 从第二精馏塔T102'' 的塔顶馏出C20的单体正构烷烃(其组成见表12),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101'' 的塔顶产物和第二精馏塔T102'' 的塔釜产物送入柴油罐区。

[0107] 实施例5

[0108] 以减二线油作为原料费托合成加氢精制油,同步且分别分离出其中的C21~C24单体正构烷烃。减二线油组成见表1,所述分离按照图1示出的流程进行。

[0109] 将减二线油进料至缓冲罐V101中预热至温度为140℃。

[0110] 将预热后的减二线油从缓冲罐V101分别进料至并联的第一套精馏设备(由第一精馏塔T101和第二精馏塔T102组成)、第二套精馏设备(由第一精馏塔T101' 和第二精馏塔T102' 组成)、第三套精馏设备(由第一精馏塔T101'' 和第二精馏塔T102'' 组成)和第四套精馏设备(由第一精馏塔T101''' 和第二精馏塔T102''' 组成),从而用于分别分离得到C21单体正构烷烃、C22单体正构烷烃、C23单体正构烷烃和C24单体正构烷烃。

[0111] 5-1 C21单体正构烷烃的分离

[0112] 第一精馏塔T101(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第40块板,塔板数为70,回流比为6,塔顶操作压力为-80kPaG;第一精馏塔T101的塔顶操作温度为258.7℃,塔釜控制温度为303.1℃。

[0113] 从第一精馏塔T101的塔顶馏出碳数小于C21的正构烷烃和碳数小于等于C21的异构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C21正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第二精馏塔T102。第二精馏塔T102(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第60块板,塔板数为120,回流比为18,塔顶操作压力为-80kPaG;第二精馏塔T102的塔顶操作温度为286.1℃,塔釜控制温度为308.2℃。

[0114] 从第二精馏塔T102的塔顶馏出C21的单体正构烷烃(其组成见表13),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101的塔顶产物和第二精馏塔T102的塔釜产物送入柴油罐区。

[0115] 5-2 C22单体正构烷烃的分离

[0116] 第一精馏塔T101'(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第40块板,塔板数为70,回流比为6,塔顶操作压力为-80kPaG;第一精馏塔T101'的塔顶操作温度为267.8℃,塔釜控制温度为309.5℃。

[0117] 从第一精馏塔T101'的塔顶馏出碳数小于C22的正构烷烃和碳数小于等于C22的异构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C22正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第二精馏塔T102'。第二精馏塔T102'(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第42块板,塔板数为86,回流比为10,塔顶操作压力为-80kPaG;第二精馏塔T102'的塔顶操作温度为296.2℃,塔釜控制温度为316.1℃。

[0118] 从第二精馏塔T102'的塔顶馏出C22的单体正构烷烃(其组成见表14),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101'的塔顶产物和第二精馏塔T102'的塔釜产物送入柴油罐区。

[0119] 5-3 C23单体正构烷烃的分离

[0120] 第一精馏塔T101''(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第42块板,塔板数为80,回流比为6,塔顶操作压力为-80kPaG;第一精馏塔T101''的塔顶操作温度为275.1℃,塔釜控制温度为317.7℃

[0121] 从第一精馏塔T101''的塔顶馏出碳数小于C23的正构烷烃和碳数小于等于C23的异构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C23正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第二精馏塔T102''。第二精馏塔T102''(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第35块板,塔板数为70,回流比为8,塔顶操作压力为-80kPaG;第二精馏塔T102''的塔顶操作温度为307.5℃,塔釜控制温度为325.0℃。

[0122] 从第二精馏塔T102''的塔顶馏出C23的单体正构烷烃(其组成见表15),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101''的塔顶产物和第二精馏塔T102''的塔釜产物送入柴油罐区。

[0123] 5-4 C24单体正构烷烃的分离

[0124] 第一精馏塔T101'''(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第40块板,塔板数为70,回流比为6,塔顶操作压力为-80kPaG;第一精馏塔T101'''的塔顶操作温度为280.0℃,塔釜控制温度为325.0℃。

[0125] 从第一精馏塔T101”的塔顶馏出碳数小于C24的正构烷烃和碳数小于等于C24的异构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C24正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第二精馏塔T102””。第二精馏塔T102””(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第48块板,塔板数为90,回流比为20,塔顶操作压力为-80kPaG;第二精馏塔T102””的塔顶操作温度为317.2℃,塔釜控制温度为330.8℃

[0126] 从第二精馏塔T102””的塔顶馏出C24的单体正构烷烃(其组成见表16),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101”的塔顶产物和第二精馏塔T102””的塔釜产物送入柴油罐区。

[0127] 实施例6

[0128] 以减三线油作为原料费托合成加氢精制油,分离其中的C25单体正构烷烃。减三线油组成见表1,所述分离按照图1示出的流程进行。

[0129] 将减三线油进料至缓冲罐V101中预热至温度为150℃。

[0130] 将预热后的常一线油从缓冲罐V101进料至第一精馏塔T101(减压精馏塔),第一精馏塔T101的进料位置为自上到下第50块板,塔板数为100,回流比为8,塔顶操作压力为-90kPaG,塔顶操作温度为261.1℃,塔釜控制温度为320.5℃。

[0131] 从第一精馏塔T101的塔顶馏出碳数小于C25的正构烷烃和碳数小于等于C25的异构烷烃(塔顶产物),同时在塔釜馏出包含C25正构烷烃的塔釜产物,将该塔釜产物进料至第二精馏塔T102。第二精馏塔T102(减压精馏塔)的进料位置为自上到下第35块板,塔板数为70,回流比为10,塔顶操作压力为-90kPaG,塔顶操作温度为303.4℃,塔釜控制温度为326.6℃。

[0132] 从第二精馏塔T102的塔顶馏出C25的单体正构烷烃(其组成见表17),其纯度大于99wt%,同时,将第一精馏塔T101的塔顶产物和第二精馏塔T102的塔釜产物送入柴油罐区。

[0133] 对比例

[0134] 以上述实施例1中的常一线油作为原料,按照中国专利申请CN106699501A中公开的生产单体正构烷烃的方法,对原料中的C11~C14单体正构烷烃进行分离,其中,操作步骤如下:

[0135] 首先,按照该专利中的主分馏塔和稳定塔对常一线油进行预处理,以该专利提供的主分馏塔及稳定塔操作条件进行分离,获得稳定分馏油。主分馏塔操作条件如下:压力0.1Mpa~0.3Mpa,塔顶温度110℃~140℃,塔釜温度200℃~300℃,理论板数5~10块。稳定塔操作条件如下:压力1.0Mpa~2.0Mpa,塔顶温度110℃~140℃,塔釜温度200℃~250℃。由于目标产物沸点较高,在将稳定分馏油放入后续的精馏塔中以分离C11~C14单体正构烷烃时,均采用该专利的实例中提到的最高的精馏塔塔顶温度,即162℃~184℃,操作压力0.05Mpa~0.15Mpa。

[0136] 结果发现,当采用现有的方法以费托合成加氢精制油作为原料尝试分离C11以上的正构烷烃时,主分馏塔顶得到的产物主要为C9~C13烷烃混物流,无法得到C14烷烃,C14烷烃由主分馏塔釜排出形成重组分混合物。稳定塔按照以上操作条件,塔顶没有轻质组分排出,无法切除C11烷烃之前的C9~C10烷烃轻质杂质。在后续精馏塔分离条件下,第一个精馏塔塔顶产品为C9~C10烷烃混合物,后续精馏塔在以上操作条件下均无法得到目标产品,始终无法获得C11以上的正构烷烃单质。

[0137] 表1各费托合成加氢精制油的组成

[0138]

组成	常一线油		常二线油		减一线油		减二线油		减三线油	
	正构 烷烃 wt%	异构 烷烃 wt%	正构 烷烃 wt%	异构 烷烃 wt%	正构 烷烃 wt%	异构 烷烃 wt%	正构 烷烃 wt%	异构 烷烃 wt%	正构 烷烃 wt%	异构 烷烃 wt%
C9	1.74	0.04	0.07	0.00	0.02	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
C10	7.80	0.18	0.42	0.01	0.08	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
C11	21.87	0.78	1.32	0.04	0.25	0.03	0.01	0.01	0.01	0.02
C12	24.73	1.30	3.05	0.13	0.76	0.09	0.01	0.01	0.01	0.05
C13	20.54	1.24	6.05	0.25	1.90	0.19	0.03	0.01	0.02	0.03
C14	13.70	0.94	12.02	0.49	3.46	0.29	0.07	0.01	0.05	0.03
C15	3.71	0.47	22.88	1.07	5.37	0.36	0.17	0.02	0.10	0.05
C16	0.27	0.06	23.00	1.47	7.63	0.56	0.39	0.02	0.20	0.05
C17	0.03	0.00	17.03	1.30	10.83	0.70	0.97	0.05	0.38	0.05
C18	0.03	0.00	7.22	0.85	13.80	0.95	2.57	0.12	0.82	0.06
C19	0.03	0.00	0.71	0.22	15.58	1.17	5.82	0.33	1.56	0.09
C20	0.03	0.00	0.09	0.04	13.71	1.17	9.96	0.60	2.61	0.15
C21	0.03	0.00	0.04	0.03	9.89	0.94	14.75	0.98	4.19	0.26
C22	0.02	0.00	0.04	0.02	5.61	0.69	16.89	1.37	6.21	0.53
C23	0.02	0.00	0.03	0.01	2.40	0.32	14.87	1.43	8.23	0.76
C24	0.02	0.00	0.03	0.01	0.89	0.12	11.10	1.15	10.07	1.07
C25	0.02	0.00	0.02	0.01	0.24	0.00	7.14	0.85	11.13	1.61
C26	0.01	0.00	0.01	0.01	0.04	0.00	4.09	0.58	10.66	1.60
C27	0.01	0.00	0.01	0.00	0.01	0.00	2.01	0.28	9.20	1.28
C28	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.86	0.08	7.22	1.09
C29	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.29	0.02	5.35	0.71
C30	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.08	0.00	3.73	0.55
sum	94.98	5.02	94.04	5.96	92.44	7.56	92.10	7.903	89.05	10.95

[0139] *表1所列为参考物料组成,因实际生产过程中,操作条件稳定性差异,精制原料组成存在差异,各组成变化范围为±10wt%以内。

[0140] 表2 C11单体正构烷烃的组成

	正构烷烃含量 wt%		异构烷烃含量 wt%	
	C9	0.07	0.14	
[0141]	C10	0.11	0.16	
	C11	99.04	0.27	
	C12	0.00	0.21	
	sum	99.22	0.78	

[0142] 表3 C12单体正构烷烃的组成

		正构烷烃含量 wt%	异构烷烃含量 wt%
[0143]	C10	0.01	0.01
	C11	0.17	0.07
	C12	99.09	0.20
	C13	0.00	0.45
	sum	99.27	0.73
[0144]	表4 C13单体正构烷烃的组成		
		正构烷烃含量 wt%	异构烷烃含量 wt%
[0145]	C10	0.01	0.00
	C11	0.02	0.01
	C12	0.11	0.11
	C13	99.10	0.27
	C14	0.07	0.29
	sum	99.31	0.68
[0146]	表5 C14单体正构烷烃的组成		
		正构烷烃含量 wt%	异构烷烃含量 wt%
[0147]	C11	0.01	0.01
	C12	0.03	0.01
	C13	0.11	0.09
	C14	99.13	0.22
	C15	0.08	0.31
	sum	99.36	0.64
[0148]	表6 C12单体正构烷烃的组成		
		正构烷烃含量 wt%	异构烷烃含量 wt%
[0149]	C10	0.01	0.00
	C11	0.12	0.03
	C12	99.29	0.18
[0150]	C13	0.00	0.37
	sum	99.42	0.58
[0151]	表7 C15单体正构烷烃的组成		
		正构烷烃含量 wt%	异构烷烃含量 wt%
[0152]	C12	0.01	0.01
	C13	0.08	0.01
	C14	0.12	0.09
	C15	99.06	0.24
	C16	0.02	0.36
	sum	99.29	0.71

[0153] 表8 C16单体正构烷烃的组成

	正构烷烃含量 wt%	异构烷烃含量 wt%	
[0154]	C14	0.00	0.02
	C15	0.07	0.13
	C16	99.37	0.19
	C17	0.04	0.18
	sum	99.48	0.52

[0155] 表9 C17单体正构烷烃的组成

	正构烷烃含量 wt%	异构烷烃含量 wt%	
[0156]	C15	0.02	0.03
	C16	0.04	0.13
	C17	99.28	0.31
	C18	0.02	0.14
	C19	0.00	0.01
	sum	99.36	0.64

[0157] 表10 C18单体正构烷烃的组成

	正构烷烃含量 wt%	异构烷烃含量 wt%	
[0158]	C16	0.02	0.04
	C17	0.05	0.11
	C18	99.23	0.22
	C19	0.10	0.23
	sum	99.40	0.6

[0159] 表11 C19单体正构烷烃的组成

[0160]	正构烷烃含量 wt%	异构烷烃含量 wt%	
	C17	0.00	0.02
	C18	0.14	0.21
[0161]	C19	99.05	0.33
	C20	0.06	0.19
	sum	99.25	0.75

[0162] 表12 C20单体正构烷烃的组成

	正构烷烃含量 wt%	异构烷烃含量 wt%	
[0163]	C18	0.00	0.02
	C19	0.11	0.16
	C20	99.02	0.35
	C21	0.09	0.20
	C22	0.01	0.04
	sum	99.23	0.77

[0164] 表13 C21单体正构烷烃的组成

	正构烷烃含量 wt%	异构烷烃含量 wt%
C19	0.00	0.04
C20	0.01	0.20
C21	99.14	0.38
C22	0.09	0.14
sum	99.24	0.76

[0166] 表14 C22单体正构烷烃的组成

	正构烷烃含量 wt%	异构烷烃含量 wt%
C20	0.07	0.14
C21	0.13	0.22
C22	99.11	0.29
C23	0.01	0.03
sum	99.32	0.68

[0168] 表15 C23单体正构烷烃的组成

	正构烷烃含量 wt%	异构烷烃含量 wt%
C21	0.01	0.03
C22	0.10	0.19
C23	99.09	0.34
C24	0.07	0.14
C25	0.01	0.02
sum	99.28	0.72

[0170] 表16 C24单体正构烷烃的组成

	正构烷烃含量 wt%	异构烷烃含量 wt%
C22	0.02	0.04
C23	0.03	0.2
C24	99.13	0.34
C25	0.08	0.15
C26	0	0.01
sum	99.26	0.74

[0172] 表17 C25单体正构烷烃的组成

		正构烷烃含量 wt%	异构烷烃含量 wt%
[0173]	C23	0.01	0.02
	C24	0.03	0.13
	C25	99.07	0.31
	C26	0.13	0.21
	C27	0.03	0.06
	sum	99.27	0.73

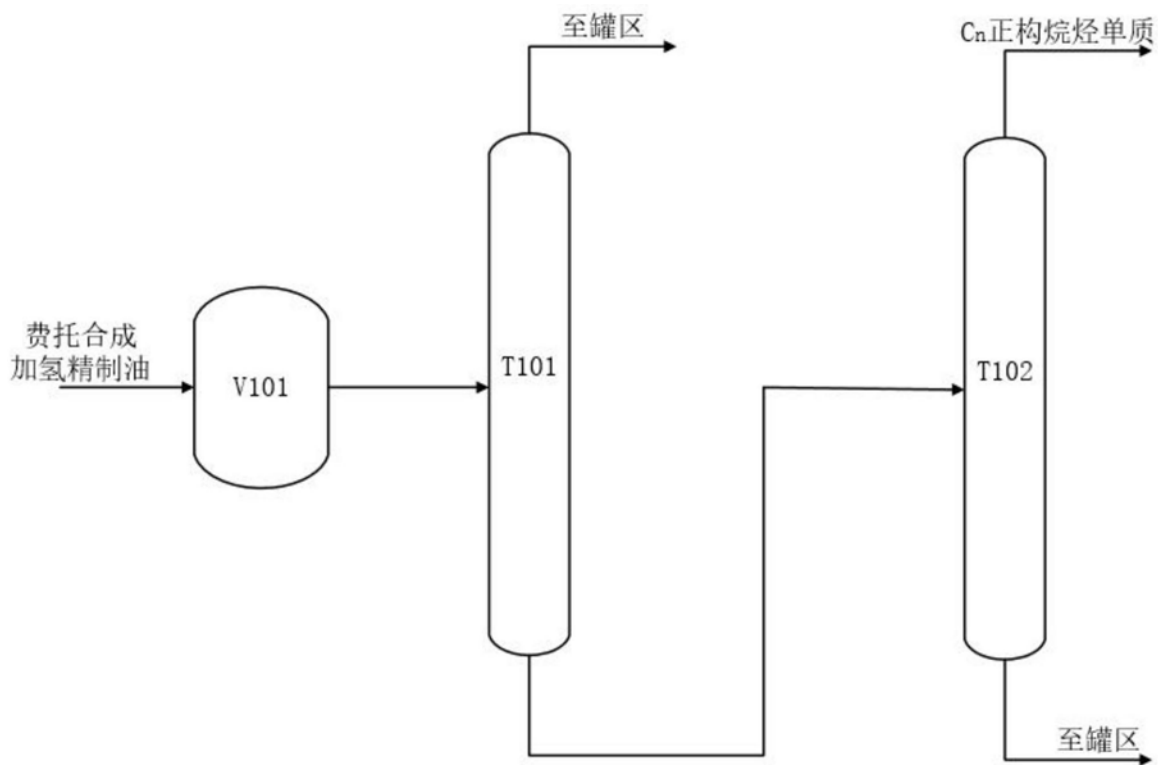


图1

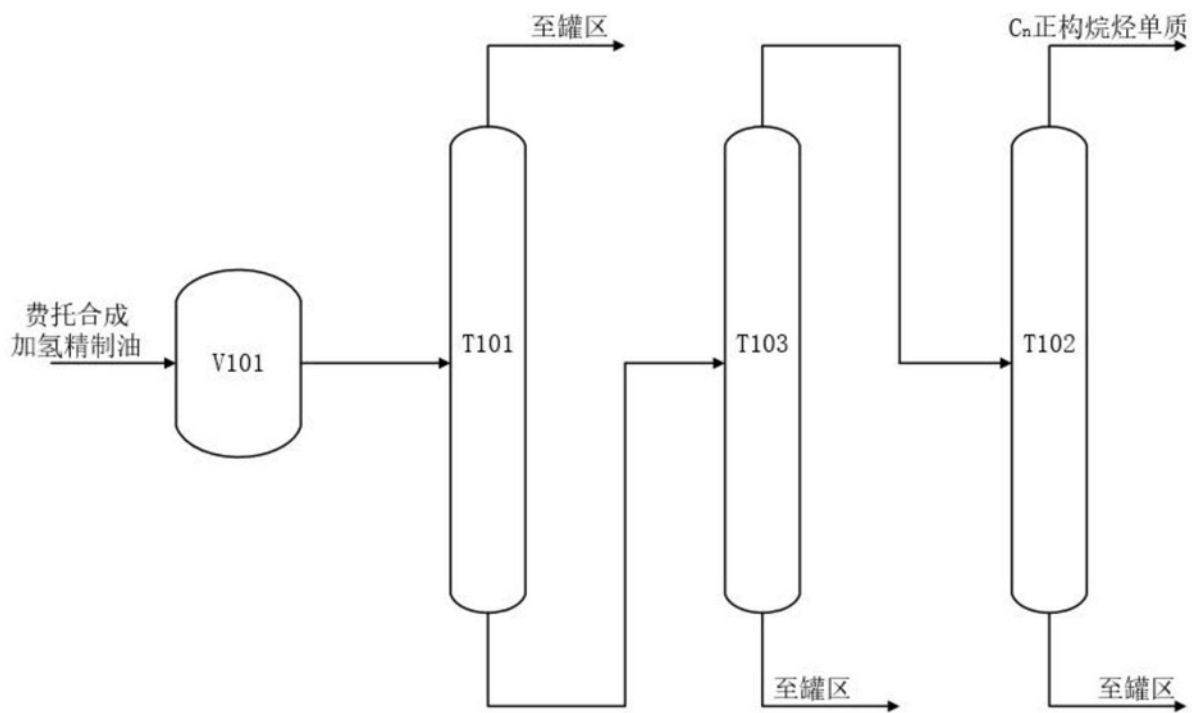


图2



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

B01D 3/143 (2018.08); C01B 33/10778 (2018.08); C07F 7/20 (2018.08)

(21)(22) Заявка: 2018136571, 17.10.2018

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
17.10.2018

Дата регистрации:
19.03.2019

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 17.10.2018

(45) Опубликовано: 19.03.2019 Бюл. № 8

Адрес для переписки:
105118, Москва, ш. Энтузиастов, 38, АО
"ГНИИХТЭОС"

(72) Автор(ы):

Перерва Олег Валентинович (RU),
Ендовин Юрий Петрович (RU),
Панкрушина Алла Вадимовна (RU),
Гартман Томаш Николаевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Российская Федерация, от имени которой
выступает Министерство промышленности
и торговли Российской Федерации
(МИНПРОМТОРГ РОССИИ) (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: CN 102826553 A, 19.12.2012. RU
2234356 C2, 20.08.2004. SU 127256 A1,
10.10.1960. US 2471134 A1, 17.07.1946.

(54) СПОСОБ НЕПРЕРЫВНОГО РАЗДЕЛЕНИЯ СМЕСИ ЭТИЛХЛОРСИЛАНОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к химической технологии элементоорганического синтеза. Предложен способ непрерывного разделения смеси этилхлорсиланов, получаемой в процессе синтеза этилхлорсиланов из кремния и хлористого этила, заключающийся в том, что разделение смеси этилхлорсиланов после предварительной очистки от хлористого этила осуществляют на двух последовательно установленных сложных ректификационных колоннах с внутренней разделяющей стенкой, имеющих собственные дефлегматоры и кипятильники. По сравнению с известным способом разделения смеси этилхлорсиланов путем последовательного

выделения компонентов на простых ректификационных колоннах использование сложных ректификационных колонн с внутренней разделяющей стенкой позволяет в два раза сократить число единиц оборудования, обслуживающих колонны (подогрев питания, дефлегматоры, кипятильники, флегмовые емкости, флегмовые насосы), в три раза сократить объем емкостного парка, необходимый для хранения промежуточных продуктов разделения, и не менее чем на 25% снизить общие энергозатраты на разделение исходной смеси. 8 з.п. ф-лы, 2 ил., 2 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
B01D 3/14 (2006.01)
C07F 7/20 (2006.01)
C01B 33/107 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

B01D 3/143 (2018.08); *C01B 33/10778* (2018.08); *C07F 7/20* (2018.08)(21)(22) Application: **2018136571, 17.10.2018**(24) Effective date for property rights:
17.10.2018Registration date:
19.03.2019

Priority:

(22) Date of filing: **17.10.2018**(45) Date of publication: **19.03.2019** Bull. № 8

Mail address:

**105118, Moskva, sh. Entuziastov, 38, AO
"GNIKHTEOS"**

(72) Inventor(s):

**Pererva Oleg Valentinovich (RU),
Endovin Yuriy Petrovich (RU),
Pankrushina Alla Vadimovna (RU),
Gartman Tomash Nikolaevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Rossiyskaya Federatsiya, ot imeni kotoroy
vystupaet Ministerstvo promyshlennosti i
torgovli Rossijskoj Federatsii
(MINPROMTORG ROSSII) (RU)**(54) **METHOD OF CONTINUOUS UNMIXING MIXTURE OF ETHYL CHLOROSILANE**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to chemical technology of organoelemental synthesis. Method for continuous separation of ethylchlorosilanes mixture is proposed, obtained in the process of synthesis of ethylchlorosilanes from silicon and ethyl chloride including separation of ethylchlorosilanes mixture after preliminary purification from ethyl chloride is carried out on two sequentially installed complex distillation columns with internal dividing wall, having their own reflux condensers and boilers.

EFFECT: compared with the known method of

unmixing ethylchlorosilanes mixture by successive separation of components on simple distillation columns, the use of complex distillation columns with internal separating wall makes it possible to halve number of pieces of equipment, serving columns (power supply, reflux condensers, boilers, reflux tanks, reflux pumps), three times reduce park capacity, necessary for storage of intermediate separation products, and to reduce the total energy consumption for the separation of original mixture by at least 25 %.

9 cl, 2 dwg, 2 tbl

RU 2 682 330 C1

RU 2 682 330 C1

Изобретение относится к химической технологии элементоорганического синтеза, в частности, к способу непрерывного разделения смеси этилхлорсиланов (ЭХС), получающейся в процессе синтеза этилхлорсиланов после предварительной очистки от хлористого этила (ХЭ).

5 Этилхлорсиланы в промышленности получают взаимодействием измельченного металлического кремния с хлористым этилом. Реакция протекает при повышенных температурах (250-350°C) и давлении (от 0,1 до 0,3 МПа изб.), в присутствии катализатора: меди или ее соединений. Пылегазовая смесь, состоящая из ЭХС и ХЭ, выходящая из реактора синтеза, подвергается очистке от пыли непрореагировавшего кремния и далее поступает на конденсацию и разделение на сырец этилхлорсиланов и непрореагировавший хлористый этил. Непрореагировавший хлористый этил возвращается на синтез этилхлорсиланов. Смесь этилхлорсиланов поступает на стадию ректификационного разделения для получения индивидуальных товарных продуктов.

10 Общеизвестным способом разделения смеси ЭХС на индивидуальные этилхлорсиланы является способ их последовательного выделения на ректификационных колоннах, каждая из которых имеет одну точку ввода питания колонны, одну точку отбора дистиллята и одну точку отбора кубовой жидкости (Ю.К. Молоканов и др., Разделение смесей кремнийорганических соединений. - 2-е изд., перераб. и доп. - Л.: Химия, 1986. - 336 с).

20 В соответствии с общеизвестным способом используют простые ректификационные колонны (фиг. 1), каждая из которых оборудована собственным дефлегматором и кипятильником. Смесь этилхлорсиланов (1) подают на ректификационную колонну (I) - колонну выделения высококипящих продуктов. На ректификационной колонне (I) в качестве кубовой жидкости (2) выделяют высококипящие продукты с температурой кипения выше, чем у диэтилдихлорсилана (ДЭДХС), а все остальные продукты исходной смеси получают как дистиллят (3) колонны (I). Далее дистиллят (3) колонны (I) поступает как питание в колонну (II) - колонну выделения легкокипящих продуктов, где в качестве кубовой жидкости (4) получают смесь целевых этилхлорсиланов, а в качестве дистиллята (5) получают легкокипящие продукты с температурой кипения ниже, чем у этилдихлорсилана (ЭДХС). На колонне (III) из смеси трех целевых этилхлорсиланов (4) выделяют этилдихлорсилан (ЭДХС) как дистиллят (6). Кубовая жидкость (7) колонны (III), представляющая собой смесь этилтрихлорсилана (ЭТХС) и ДЭДХС поступает на колонну (IV), где в качестве дистиллята (8) получают ЭТХС, а в качестве кубовой жидкости (9) ДЭДХС.

35 Смесь целевых ЭХС, поступающая на колонну (II), кроме ЭДХС, ЭТХС и ДЭДХС содержит ряд среднекипящих примесей, количество которых не является постоянным и зависит от условий проведения синтеза этилхлорсиланов и качества используемого сырья. При необходимости, очистка конечных целевых продуктов от этих примесей осуществляется на дополнительных ректификационных колоннах непрерывного или периодического действия. Дополнительная очистка может осуществляться или после предварительного разделения исходной смеси на конечные продукты, или отдельные стадии дополнительной очистки могут встраиваться в общий порядок разделения смеси как промежуточные стадии.

45 Недостатком данной схемы является большое количество используемых единиц оборудования, большие объемы хранения промежуточных фракций, большие технологические площади, требуемые для размещения всего этого оборудования, и высокие удельные энергозатраты, необходимые для разделения исходной смеси этилхлорсиланов. Таким образом, существует потребность в способе разделения

этилхлорсиланов, в котором устранены недостатки известного технического решения, основанного на разделении смеси продуктов на индивидуальные компоненты посредством их последовательного выделения на простых ректификационных колоннах.

В технологии ректификационного разделения смесей органических веществ известно использование сложных колонн с внутренней разделяющей стенкой (US №2471134, опуб. 24.05.1949, B01D 3/14). В настоящее время колонны такого типа находят все более широкое применение (Dividing wall columns in chemical process industry: A review on current activities / Omer Yildirim, Anton A. Kiss, Eugeny Y. Kenig // Separation and Purification Technology, v. 80 (2011), No. 3, pp. 403-417). Колонны с внутренней разделяющей стенкой внутри одного внешнего корпуса имеют вертикальные элементы (одна или несколько разделяющих стенок), разделяющие внутреннее пространство колонны на несколько термодинамически связанных секций. За счет этого становится возможным на одном колонном аппарате получать три и более продукта. Чистота конечных продуктов при этом значительно выше, чем в случае использования аналогично расположенных по высоте колонны боковых отборов в простой ректификационной колонне.

Использование сложных колонн с внутренней разделяющей стенкой для ректификационного разделения кремнийорганических смесей известно для производства полупроводникового кремния (CN №102826553, опуб. 26.11.2014, C01B 33/107). Согласно данному способу, смесь дихлорсилана (ДХС), трихлорсилана (ТХС) и четыреххлористого кремния (ЧХК) поступает в сложную ректификационную колонну с внутренней разделяющей стенкой, не касающейся верха и низа колонны. Внутреннее пространство колонны делится разделяющей стенкой на четыре секции: общую верхнюю, общую нижнюю, секцию предварительного разделения и секцию основного разделения. Смесь хлорсиланов поступает в секцию предварительного разделения, из которой пары трихлорсилана без примеси ЧХК уходят в верхнюю секцию, а жидкий трихлорсилан без примеси ДХС поступает в нижнюю секцию. В верхней секции происходит выделение ДХС как дистиллята, а жидкость, обогащенная ТХС, делится между секциями предварительного и основного разделения. В нижней секции происходит выделение ЧХК как кубовой жидкости, а пары, обогащенные ТХС, делятся между секциями предварительного и окончательного разделения. В секции окончательного разделения чистый ТХС выводится из колонны как боковой отбор, а смеси, обогащенные ДХС и ЧХК возвращаются, соответственно, в виде паров в верхнюю секцию и в виде жидкости в нижнюю секцию.

Описанное использование одной ректификационной колонны с внутренней разделяющей стенкой позволяет, по сравнению с применением двух простых колонн, получить три целевых продукта высокой чистоты с меньшими на 30% энергозатратами.

Однако, в научно-технической и патентной литературе отсутствуют сведения об использовании таких колонн для разделения смесей алкилхлорсиланов, в частности, смеси этилхлорсиланов.

Техническая задача представленного изобретения заключается в создании усовершенствованного, менее энергоемкого способа разделения смеси этилхлорсиланов.

Технический результат заявленного изобретения заключается в снижении общих энергетических затраты на разделение смеси не менее чем на 25% за счет усовершенствования пространства колонн, осуществляемого с помощью внутренних разделяющих стенок, и организации внутренних термодинамически связанных потоков.

Заявленный технический результат достигается тем, что предложен способ непрерывного разделения смеси этилхлорсиланов в двух последовательно расположенных ректификационных колоннах, представляющих собой:

а) первую колонну первичного разделения смеси этилхлорсиланов, в продольном направлении которой установлена разделительная стенка, не достигающая верха и низа колонны, формирующая секции предварительного разделения, окончательного разделения, общую вышележащую секцию и общую нижележащую секцию; причем питание колонны поступает в секцию предварительного разделения; головной поток колонны, уходящий из общей вышележащей секции и содержащий легкокипящие компоненты, конденсируется в дефлегматоре колонны, часть конденсата возвращается в колонну в виде флегмы и часть конденсата удаляется как дистиллят; уходящая из общей нижележащей секции жидкость, содержащая высококипящие продукты, частично испаряется в кипятильнике колонны и возвращается в нижнюю часть колонны, а не испарившаяся часть выводится в виде кубовой жидкости; фракция товарных продуктов, состоящая из этилдихлорсилана, этилтрихлорсилана и диэтилдихлорсилана, удаляется как боковой поток из секции окончательного разделения и поступает для дальнейшего разделения на вторую колонну;

б) вторую колонну выделения целевых этилхлорсиланов, в продольном направлении которой установлена разделительная стенка, достигающая верха колонны, формирующая секции предварительного разделения, окончательного разделения и общую нижележащую секцию; причем смесь этилдихлорсилана, этилтрихлорсилана и диэтилдихлорсилана в виде питания колонны поступает в секцию предварительного разделения; этилдихлорсилан, покидающий колонну из верхней части секции предварительного разделения, конденсируется в собственном дефлегматоре, часть конденсата возвращается в колонну в секцию предварительного разделения в виде флегмы и часть конденсата удаляется как дистиллят; этилтрихлорсилан, покидающий колонну из верхней части секции окончательного разделения, конденсируется в собственном дефлегматоре, часть конденсата возвращается в колонну в секцию окончательного разделения в виде флегмы и часть конденсата удаляется как дистиллят; диэтилдихлорсилан уходящий из общей нижележащей секции в виде жидкости, частично испаряется в кипятильнике колонны и возвращается в нижнюю часть колонны, а не испарившаяся часть выводится в виде кубовой жидкости.

Предпочтительно первая колонна первичного разделения смеси этилхлорсиланов имеет 40-80 теоретических тарелок в секции предварительного разделения, 40-80 теоретических тарелок в секции окончательного разделения, 35-45 теоретических тарелок в общей вышележащей секции и 10-15 теоретических тарелок в общей нижележащей секции.

В варианте выполнения первая колонна первичного разделения смеси этилхлорсиланов работает при флегмовом числе от 15 до 30, при доле жидкости, поступающей из общей вышележащей секции на орошение секции предварительного разделения 5-25% мас, и при доле пара, поступающего из общей нижележащей секции в секцию предварительного разделения 30-60% мас.

Предпочтительно тарелка питания первой колонны первичного разделения смеси этилхлорсиланов расположена на высоте 45-65% от высоты секции предварительного разделения, считая сверху, и боковой отбор осуществляется из секции окончательного разделения на высоте 40-60% от высоты секции окончательного разделения, считая сверху.

Предпочтительно первая колонна первичного разделения смеси этилхлорсиланов работает при давлении в интервале от 0,7 до 2,0 атм(абс) в кубовой части колонны.

Предпочтительно вторая колонна выделения целевых этилхлорсиланов имеет 40-60 теоретических тарелок в секции предварительного разделения, 20-50 теоретических

тарелок в секции окончательного разделения и 10-20 теоретических тарелок в общей нижележащей секции.

Предпочтительно вторая колонна выделения целевых этилхлорсиланов работает при флегмовом числе от 1,5 до 5,0 для секции предварительного разделения, при флегмовом числе от 1,0 до 3,0 для секции окончательного разделения и при доле пара, поступающего из общей нижележащей секции в секцию предварительного разделения 50-70% мас.

Предпочтительно тарелка питания второй колонны выделения целевых этилхлорсиланов расположена на высоте 45-55% от высоты секции предварительного разделения, работает при давлении в интервале от 0,7 до 4,0 атм (абс) в кубовой части колонны.

Согласно предлагаемому способу для разделения смеси этилхлорсиланов используют две последовательные ректификационные колонны, каждая из которых снабжена внутренней разделительной стенкой (фиг. 2). В первой колонне (I) разделительная стенка не доходит ни до верха, ни до низа колонны, разделяя тем самым внутреннее пространство колонны (I) на четыре секции. Со стороны ввода питания, по одну сторону разделительной стенки, находится секция предварительного разделения (I-1). По другую сторону разделительной стенки находится секция окончательного разделения (I-2), снабженная боковым отбором. Выше разделительной стенки находится общая вышележащая секция (I-3), снабженная дефлегматором для конденсации уходящих с колонны паров и возврата флегмы обратно в колонну (I). Ниже разделительной стенки находится общая нижележащая секция (I-4), оборудованная кипятильником для частичного испарения стекающей с нижней тарелки жидкости и ее возврата в колонну (I) в виде пара.

Во второй колонне (II) разделительная стенка прилегает к верху колонны и делит внутреннее пространство колонны на три секции. Со стороны ввода питания, по одну сторону разделительной стенки, находится секция предварительного разделения (II-1), снабженная собственным дефлегматором для конденсации уходящих с колонны паров и возврата флегмы обратно в колонну в секцию предварительного разделения (II-1). По другую сторону разделительной стенки находится секция окончательного разделения (II-2), снабженная собственным дефлегматором для конденсации уходящих с колонны паров и возврата флегмы обратно в колонну в секцию окончательного разделения (II-2). Ниже разделительной стенки находится общая нижележащая секция (II-3), оборудованная кипятильником для частичного испарения стекающей с нижней тарелки жидкости и ее возврата в колонну (II) в виде пара.

Исходная смесь этилхлорсиланов (1), подогретая, при необходимости, до температуры кипения или выше, поступает в колонну (I) в секцию предварительного разделения (I-1), имеющую 40-80 теоретических тарелок, на высоте 45-65% от высоты секции (I-1), считая сверху. В этой секции колонны происходит предварительное разделение исходной смеси таким образом, чтобы верх секции (I-1) покидала смесь без высококипящих компонентов и далее поступала в общую вышележащую секцию (I-3), а снизу секции (I-1) стекала жидкость без легкокипящих компонентов и далее поступала в общую нижележащую секцию (I-4). В общей вышележащей секции (I-3), имеющей 35-45 теоретических тарелок, происходит очистка паров, поступающих из секций (I-1) и (I-2), от этилхлорсиланов таким образом, что уходящие с верха секции (I-3) пары содержали не более 1,0% ЭДХС. После конденсации этих паров и частичного возврата конденсата в виде флегмы (флегмовое число от 15 до 30) в колонну (I) в секцию (I-3), оставшаяся часть легкокипящих продуктов выводится как дистиллят (5). Жидкий поток,

поступающий в секцию (I-3) в виде флегмы, по мере протекания через секцию (I-3) обогащается этилхлорсиланами и 5-25% мас стекающей из нижней части секции (I-3) жидкости поступает как орошение в секцию предварительного разделения (I-1), а оставшаяся часть поступает как орошение в секцию окончательного разделения (I-2).

Орошение общей нижележащей секции (I-4), имеющей 10-15 теоретических тарелок, осуществляется совместно потоками жидкости, уходящими с нижней части секций (I-1) и (I-2). В секции (I-4) происходит выделение этилхлорсиланов из стекающей жидкости таким образом, что колонну (I) в виде кубовой жидкости (2) покидают высококипящие продукты, содержащие не более 10% диэтилдихлорсилана. Пары, образовавшиеся в

кипятильнике колонны (I) и поступившие в нижнюю часть секции (I-4), поднимаясь вверх колонны обогащаются легкокипящими компонентами, после чего 30-60% мас покидающих секцию (I-4) паров поступает в нижнюю часть секции (I-1), а оставшаяся часть паров поступает в нижнюю часть секции (I-2). В секции окончательного разделения (I-2), имеющей 40-80 теоретических тарелок, происходит ректификационная очистка

смеси этилхлорсиланов таким образом, что максимальная концентрация легкокипящих и высококипящих компонентов достигается в области 40-60% от высоты секции, считая сверху. В данной области секции (I-2) расположен боковой отбор колонны (I), через который выводится смесь целевых этилхлорсиланов (4).

Смесь (4) этилхлорсиланов (этилдихлорсилан, этилтрихлорсилан и диэтилдихлорсилан), выделенная на колонне (I) и подогретая, при необходимости, до температуры кипения или выше, поступает как питание на колонну (II) в секцию предварительного разделения (II-1). Высота секции составляет 40-60 теоретических тарелок, тарелка питания расположена на 45-55% от высоты секции, считая сверху. Высоты данной секции достаточно для того, чтобы в жидкости, стекающей из секции

(II-1) в общую нижележащую секцию (II-3), практически отсутствовал этилдихлорсилан. Весь этилдихлорсилан (6), содержащий не более 0,15% легкокипящих компонентов и не более 0,02% этилтрихлорсилана, как целевой продукт ректификационного разделения исходной смеси (1) покидает колонну (II) через верх секции (II-1). Секция (II-1) оборудована собственным дефлегматором, обеспечивающим необходимое орошение

секции (II-1) с флегмовым числом 1,5-5,0. Общая нижележащая секция (II-3) орошается жидкостью, стекающей из секций (II-1) и (II-2). По мере прохождения общего потока жидкости через секцию (II-3), имеющую высоту 10-20 теоретических тарелок, происходит обогащение жидкости диэтилдихлорсиланом таким образом, что колонну (II) в виде кубовой жидкости покидает диэтилдихлорсилан (9), содержащий не более 0,05%

высококипящих компонентов и не более 0,15% этилтрихлорсилана. Пары, образовавшиеся в кипятильнике колонны (II) и поступившие в нижнюю часть секции (II-3), поднимаясь вверх колонны обогащаются легкокипящими компонентами, после чего 50-70% мас покидающих секцию (II-3) паров поступает в нижнюю часть секции предварительного разделения (II-1), а оставшаяся часть паров поступает в нижнюю

часть секции окончательного разделения (II-2). В секции (II-2), имеющей 20-50 теоретических тарелок, происходит ректификационное разделение паров этилтрихлорсилана и диэтилдихлорсилана таким образом, что в парах, покидающих секцию (II-2) практически отсутствует диэтилдихлорсилан. Пары, покидающие секцию (II-2), конденсируются в собственном дефлегматоре, обеспечивающем орошение секции

(II-2) с флегмовым числом от 1,0 до 3,0. Оставшаяся часть конденсата, представляющая собой этилтрихлорсилан (8), содержащий не более 0,02% этилдихлорсилана и не более 0,05% диэтилдихлорсилана, покидает колонну (II).

Использование предлагаемого способа разделения смеси этилхлорсиланов

обеспечивает высокую степень чистоты индивидуальных целевых продуктов, при этом позволяет снизить общие энергетические затраты на разделение смеси не менее, чем на 25%. Уменьшение вдвое числа ректификационных колонн позволяет в два раза сократить число единиц оборудования, обслуживающих колонны (подогрев питания, дефлегматоры, кипятильники, флегмовые емкости, флегмовые насосы) и в три раза сократить объем емкостного парка, необходимый для хранения промежуточных продуктов разделения.

Количество теоретических тарелок в секциях колонны зависит, в частности, от состава исходной смеси этилхлорсиланов, поступающей на разделение, и от технических требований, предъявляемых к чистоте целевых этилхлорсиланов. От этих же условий зависит окончательный выбор тарелки питания для колонны (I) и для колонны (II). Предпочтительная конфигурация колонн (I) и (II) описана в примере 2.

Для достижения требуемой эффективности разделения этилхлорсиланов в секциях колонны могут быть использованы различные виды насадок, такие как кольца Рашига, кольца Палля, седла Берля, седла Инталокс и аналогичные им. Предпочтительно использование структурированных насадок, таких, как ВХ-насадка, СУ-насадка, насадки Mellapak, Kerapak, Montz и аналогичные им. При необходимости могут быть использованы тарельчатые массообменные элементы любой конструкции, при которой исключается образование застойных зон на тарелке, а именно, провальные тарелки и тарелки с фиксированным клапаном.

Сложные колонны с внутренней разделяющей стенкой, предлагаемые в настоящем изобретении, могут работать при любых давлениях в интервале от 0,7 до 2,0 атм(абс) в кубе колонны (I) и в интервале от 0,7 до 4,0 атм(абс) в кубе колонны (II). С целью повышения эффективности колонн, более оптимально осуществлять разделение смеси этилхлорсиланов при давлении в интервале от 0,7 до 1,0 атм(абс) в кубе колонны (I) и в интервале от 1,0 до 1,3 атм(абс) в кубе колонны (II).

Пример 1 (сравнительный)

Известный способ разделения смеси этилхлорсиланов представлен на рисунке 1. Высоты колонн и положение тарелок питания были оптимизированы по энергетическому критерию (Перерва О.В., Гартман Т.Н. Компьютерное моделирование статических и динамических режимов работы ректификационных установок: практическое руководство для технологов и проектировщиков / М.: ДеЛи плюс, 2016. - 206 с.)

В ректификационную колонну (I), имеющую 30 теоретических тарелок, на тарелку питания 22 (считая сверху) подают исходную смесь этилхлорсиланов (1), имеющую состав, указанный в таблице 1. При давлении в кубе колонны 0,75 атм(абс) и флегмовом числе 0,89 в качестве кубовой жидкости выделяют высококипящие компоненты смеси (с температурой кипения выше, чем у диэтилдихлорсилана), а остальные этилхлорсиланы получают в виде дистиллята (3) колонны (I).

В ректификационную колонну (II), имеющую 84 теоретических тарелки, на тарелку питания 64 (считая сверху) подают дистиллят (3) колонны (I). При давлении в кубе колонны 2,26 атм(абс) и флегмовом числе 15,84 в качестве дистиллята (5) выделяют легкокипящие компоненты смеси (с температурой кипения ниже, чем у этилдихлорсилана), а остальные этилхлорсиланы получают в виде кубовой жидкости (4) колонны (II).

В ректификационную колонну (III), имеющую 51 теоретическую тарелку, на тарелку питания 26 (считая сверху) подают кубовую жидкость (4) колонны (II). При давлении в кубе колонны 1,17 атм(абс) и флегмовом числе 2,85 в качестве дистиллята (5) выделяют этилдихлорсилан чистотой более 99%, а смесь этилтрихлорсилана и диэтилдихлорсилана

получают в виде кубовой жидкости (7) колонны (III).

В ректификационную колонну (IV), имеющую 38 теоретических тарелок, на тарелку питания 23 (считая сверху) подают кубовую жидкость (7) колонны (III). При давлении в кубе колонны 0,74 атм(абс) и флегмовом числе 1,07 в качестве дистиллята (8) выделяют

5 этилтрихлорсилан чистотой более 99%, а диэтилдихлорсилан чистотой более 97% получают в виде кубовой жидкости (9) колонны (IV).

Всего для разделения смеси требуется использовать четыре ректификационные колонны общей высотой 203 теоретические тарелки и с общими энергозатратами 1839 кДж на один килограмм исходной смеси (1).

10 Среднекипящие примеси выделяются совместно с целевыми этилхлорсиланами. Большая часть метилвинилдихлорсилана (99,5% от общего количества) выделяется как примесь в этилтрихлорсилане. Большая часть этилвинилдихлорсилана (92,6% от общего количества) выделяется как примесь в диэтилдихлорсилане. При необходимости дополнительной очистки этилтрихлорсилана и диэтилдихлорсилана, она может быть

15 выполнена на отдельных колоннах непрерывного или периодического действия.

Пример 2 (заявляемый)

Заявляемый способ разделения смеси этилхлорсиланов представлен на рисунке 2. Высоты колонн и положение тарелок питания были оптимизированы по энергетическому критерию (Перерва О.В., Гартман Т.Н. Компьютерное моделирование статических и

20 динамических режимов работы ректификационных установок: практическое руководство для технологов и проектировщиков / М.: ДеЛи плюс, 2016. - 206 с.)

Исходную смесь этилхлорсиланов (1), имеющую состав, указанный в таблице 2, подают в колонну (I) с внутренней разделяющей стенкой в секцию предварительного разделения (I-1). Колонна (I) имеет общую высоту 114 теоретических тарелок, из них

25 общая вышележащая секция (I-3) имеет высоту 40 теоретических тарелок, общая нижележащая секция (I-4) имеет высоту 12 теоретических тарелок, секции предварительного разделения (I-1) и окончательного разделения (I-2) имеют по 62 теоретических тарелки каждая. Тарелка питания соответствует 39-й теоретической тарелке секции предварительного разделения (I-1), считая сверху. Боковой отбор

30 производится с 30-й теоретической тарелки секции окончательного разделения (I-2), считая сверху. Давление в кубе колонны равно 1,00 атм(абс). Флегмовое число составляет 25,12. На орошение секции предварительного разделения (I-1) поступает 5% масс. жидкости, стекающей с нижней теоретической тарелки общей вышележащей секции (I-3). В нижнюю часть секции предварительного разделения (I-1) поступает 45%

35 мас паров, уходящих с верхней теоретической тарелки общей нижележащей секции (I-4). В качестве кубовой жидкости (2) колонны (I) получают высококипящие компоненты смеси (с температурой кипения выше, чем у диэтилдихлорсилана), в качестве дистиллята (5) получают легкокипящие компоненты смеси (с температурой кипения ниже, чем у этилдихлорсилана), а остальные этилхлорсиланы получают как боковой отбор (4) из

40 секции окончательного разделения (I-2) колонны (I).

Смесь этилдихлорсилана, этилтрихлорсилана и диэтилдихлорсилана (4), уходящую из колонны (I) как боковой отбор, подают в колонну (II) с внутренней разделяющей стенкой в секцию предварительного разделения (II-1). Колонна (II) имеет общую высоту 66 теоретических тарелок, из них секция предварительного разделения (II-1) разделения

45 имеет высоту 51 теоретическую тарелку, общая нижележащая секция (II-4) имеет высоту 15 теоретических тарелок, секция окончательного разделения (II-2) имеет высоту 23 теоретических тарелки. Тарелка питания соответствует 26-й теоретической тарелке секции предварительного разделения (II-1), считая сверху. Давление в кубе колонны

равно 1,00 атм(абс). Флегмовое число в секции предварительного разделения (II-1) равно 2,94. Флегмовое число в секции окончательного разделения (II-2) равно 1,23. В нижнюю часть секции предварительного разделения (II-1) поступает 60% мас паров, уходящих с верхней теоретической тарелки общей нижележащей секции (II-3). В качестве кубовой жидкости (9) колонны (II) получают диэтилдихлорсилан чистотой 98%, в качестве дистилята (6) секции предварительного разделения (II-1) получают этилдихлорсилан чистотой более 99%, в качестве дистилята (8) секции окончательного разделения (II-2) получают этилтрихлорсилан чистотой более 99%.

Всего для разделения смеси требуется использовать две ректификационных колонны с внутренними разделяющими стенками. Общая высота колонн составляет 180 теоретических тарелок, что на 11% меньше, чем по известному способу разделения смеси этилхлорсиланов (сравнительный пример 1). Общие энергозатраты на разделение смеси по заявляемому способу составляют 1307 кДж на один килограмм исходной смеси (1), что на 29% меньше, чем по известному способу разделения смеси этилхлорсиланов (сравнительный пример 1). Чистота получаемых целевых продуктов (этилдихлорсилан, этилтрихлорсилан и диэтилдихлорсилан) не уступает чистоте этих продуктов, получаемых по известному способу разделения смеси этилхлорсиланов.

Таблица 1. Состав смесей этилхлорсиланов, % масс. (пример 1, сравнительный, согласно схеме фиг. 1).

компонент смеси	исходная смесь (поток 1)	поток 2	поток 5	поток 6	поток 8	поток 9
хлористый этил	0,199	—	3,326	—	—	—
трихлорсилан	0,673	—	11,266	—	—	—
тетрахлорсилан	5,037	—	84,357	0,002	—	—
метилтрихлорсилан	0,053	—	0,451	0,100	—	—
этилдихлорсилан	25,770	—	0,600	99,885	0,010	—
метилвинилдихлорсилан	0,154	—	—	0,003	0,495	—
этилтрихлорсилан	30,835	0,002	—	0,010	99,404	0,100
этилвинилдихлорсилан	0,393	0,020	—	—	0,081	2,061
диэтилдихлорсилан	18,912	8,300	—	—	0,010	97,820
триэтилхлорсилан	0,823	4,180	—	—	—	0,018
бутилтрихлорсилан	0,207	1,054	—	—	—	0,001
этилпентахлордисилан	2,610	13,315	—	—	—	—
1-дихлорсиллил-2-этилдихлорсиллилэтан	8,851	45,155	—	—	—	—
1-диэтилхлорсиллил-2-этилдихлорсиллилэтан	5,483	27,974	—	—	—	—

Таблица 2. Состав смесей этилхлорсиланов, %мас (пример 2, заявляемый, согласно схеме фиг. 2).

компонент смеси	исходная смесь (поток 1)	поток 2	поток 5	поток 6	поток 8	поток 9
хлористый этил	0,199	—	3,325	—	—	—
трихлорсилан	0,673	—	11,264	—	—	—
тетрахлорсилан	5,037	—	84,346	0,001	—	—
метилтрихлорсилан	0,053	—	0,594	0,100	—	—
этилдихлорсилан	25,770	—	0,471	99,887	0,011	—
метилвинилдихлорсилан	0,154	—	—	0,002	0,494	—
этилтрихлорсилан	30,835	—	—	0,010	99,315	0,003
этилвинилдихлорсилан	0,393	0,010	—	—	0,159	1,928
диэтилдихлорсилан	18,912	7,665	—	—	0,021	98,050
триэтилхлорсилан	0,823	4,009	—	—	—	0,018
бутилтрихлорсилан	0,207	1,019	—	—	—	0,001
этилпентахлордисилан	2,610	13,446	—	—	—	—
1-дихлорсиллил-2-этилдихлорсиллилэтан	8,851	45,601	—	—	—	—
1-диэтилхлорсиллил-2-этилдихлорсиллилэтан	5,483	28,250	—	—	—	—

(57) Формула изобретения

1. Способ непрерывного разделения смеси этилхлорсиланов, характеризующийся

тем, что разделение осуществляют в двух последовательно расположенных ректификационных колоннах, представляющих собой:

- первую колонну первичного разделения смеси этилхлорсиланов, в продольном направлении которой установлена разделительная стенка, не достигающая верха и
 5 низа колонны, формирующая секции предварительного разделения, окончательного разделения, общую вышележащую секцию и общую нижележащую секцию; причем питание колонны поступает в секцию предварительного разделения; причем головной поток колонны, уходящий из общей вышележащей секции и содержащий легкокипящие компоненты, конденсируется в дефлегматоре колонны, часть конденсата возвращается
 10 в колонну в виде флегмы и часть конденсата удаляется как дистиллят; причем уходящая из общей нижележащей секции жидкость, содержащая высококипящие продукты, частично испаряется в кипятильнике колонны и возвращается в нижнюю часть колонны, а не испарившаяся часть выводится в виде кубовой жидкости; фракция товарных продуктов, состоящая из этилдихлорсилана, этилтрихлорсилана и диэтилдихлорсилана,
 15 удаляется как боковой поток из секции окончательного разделения и поступает для дальнейшего разделения на вторую колонну;

- вторую колонну выделения целевых этилхлорсиланов, в продольном направлении которой установлена разделительная стенка, достигающая верха колонны, формирующая секции предварительного разделения, окончательного разделения и
 20 общую нижележащую секцию, причем смесь этилдихлорсилана, этилтрихлорсилана и диэтилдихлорсилана в виде питания колонны поступает в секцию предварительного разделения; этилдихлорсилан, покидающий колонну из верхней части секции предварительного разделения, конденсируется в собственном дефлегматоре, часть конденсата возвращается в колонну в секцию предварительного разделения в виде
 25 флегмы и часть конденсата удаляется как дистиллят, причем этилтрихлорсилан, покидающий колонну из верхней части секции окончательного разделения, конденсируется в собственном дефлегматоре, часть конденсата возвращается в колонну в секцию окончательного разделения в виде флегмы и часть конденсата удаляется как
 30 дистиллят, причем диэтилдихлорсилан, уходящий из общей нижележащей секции в виде жидкости, частично испаряется в кипятильнике колонны и возвращается в нижнюю часть колонны, а неиспарившаяся часть выводится в виде кубовой жидкости.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что первая колонна первичного разделения смеси этилхлорсиланов имеет 40-80 теоретических тарелок в секции предварительного
 35 разделения, 40-80 теоретических тарелок в секции окончательного разделения, 35-45 теоретических тарелок в общей вышележащей секции и 10-15 теоретических тарелок в общей нижележащей секции.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что первая колонна первичного разделения смеси этилхлорсиланов работает при флегмовом числе от 15 до 30, при доле жидкости, поступающей из общей вышележащей секции на орошение секции предварительного
 40 разделения, 5-25% мас. и при доле пара, поступающего из общей нижележащей секции в секцию предварительного разделения, 30-60% мас.

4. Способ по п. 1, отличающийся тем, что тарелка питания первой колонны первичного разделения смеси этилхлорсиланов расположена на высоте 45-65% от
 45 высоты секции предварительного разделения, считая сверху, и боковой отбор осуществляется из секции окончательного разделения на высоте 40-60% от высоты секции окончательного разделения, считая сверху.

5. Способ по п. 1, отличающийся тем, что первая колонна первичного разделения смеси этилхлорсиланов работает при давлении в интервале от 0,7 до 2,0 атм (абс) в

кубовой части колонны.

6. Способ по п. 1, отличающийся тем, что вторая колонна выделения целевых этилхлорсиланов имеет 40-60 теоретических тарелок в секции предварительного разделения, 20-50 теоретических тарелок в секции окончательного разделения и 10-20 теоретических тарелок в общей нижележащей секции.

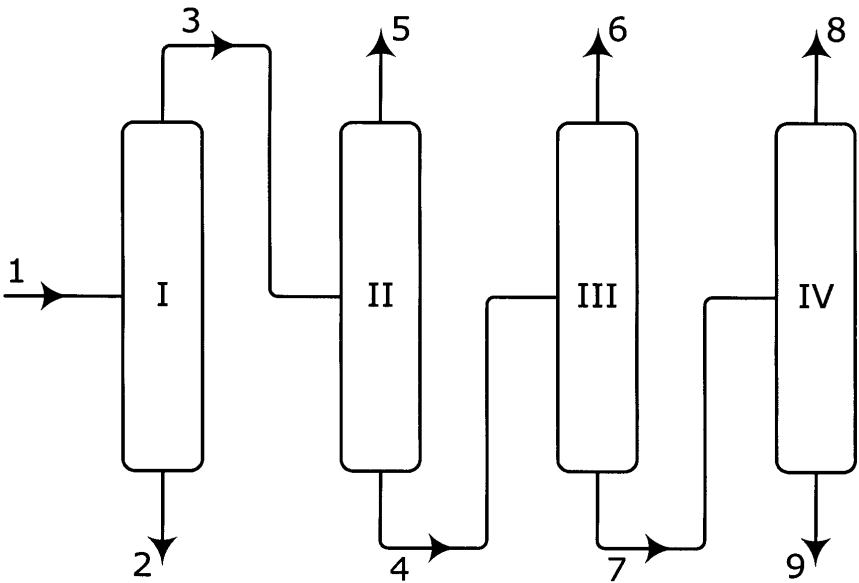
7. Способ по п. 1, отличающийся тем, что вторая колонна выделения целевых этилхлорсиланов работает при флегмовом числе от 1,5 до 5,0 для секции предварительного разделения, при флегмовом числе от 1,0 до 3,0 для секции окончательного разделения и при доле пара, поступающего из общей нижележащей секции в секцию предварительного разделения, 50-70% мас.

8. Способ по п. 1, отличающийся тем, что тарелка питания второй колонны выделения целевых этилхлорсиланов расположена на высоте 45-55% от высоты секции предварительного разделения.

9. Способ по п. 1, отличающийся тем, что вторая колонна выделения целевых этилхлорсиланов работает при давлении в интервале от 0,7 до 4,0 атм (абс) в кубовой части колонны.

1

СПОСОБ НЕПРЕРЫВНОГО РАЗДЕЛЕНИЯ
СМЕСИ ЭТИЛХЛОРСИЛАНОВ

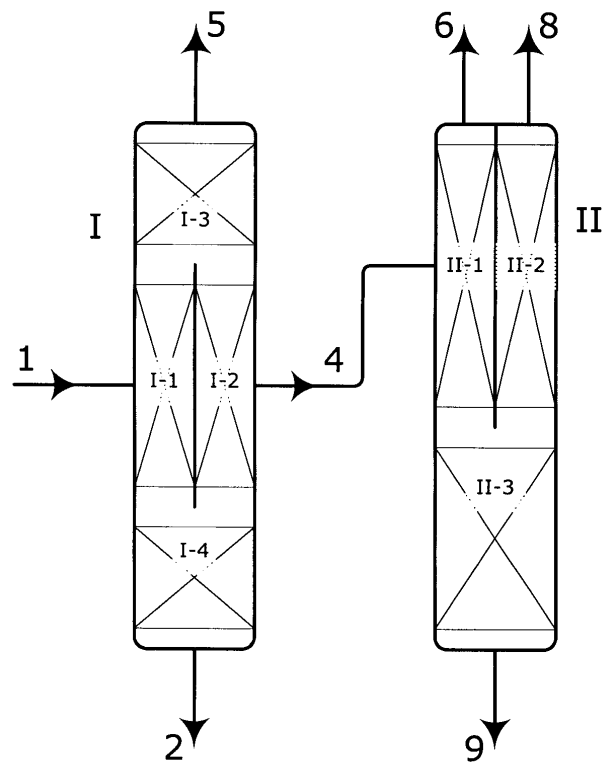


Фиг.1

1

2

СПОСОБ НЕПРЕРЫВНОГО РАЗДЕЛЕНИЯ
СМЕСИ ЭТИЛХЛОРСИЛАНОВ



Фиг.2



МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **127769** (13) **U**
(51) МПК (2018.01)
B04B 7/00

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

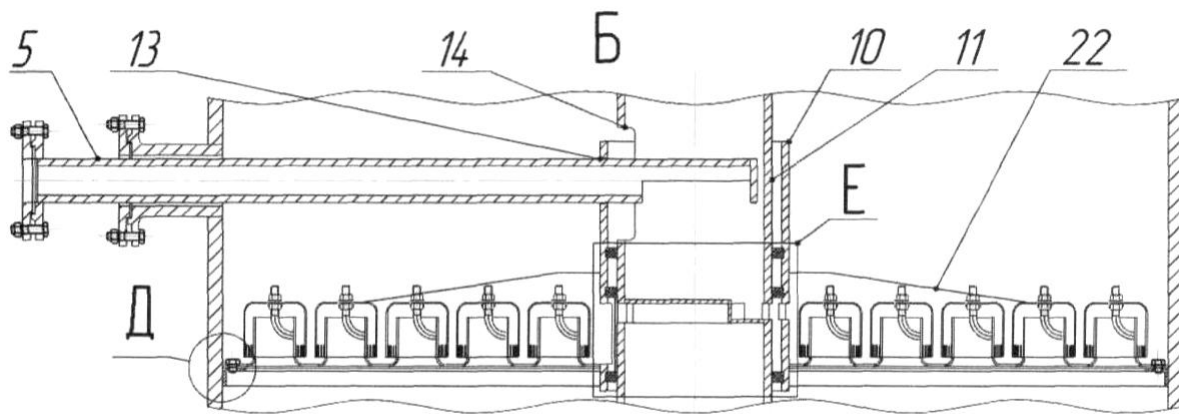
(21) Номер заявки:	u 2018 01316	(72) Винахідник(и):	Кичак Руслан Віталійович (UA)
(22) Дата подання заявки:	12.02.2018	(73) Власник(и):	Кичак Руслан Віталійович,
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель:	27.08.2018		вул. Березняківська, 38, кв. 119, м. Київ, 02098 (UA)
(46) Публікація відомостей про видачу патенту:	27.08.2018, Бюл.№ 16		

(54) РЕКТИФІКАЦІЙНА КОЛОНА

(57) Реферат:

Ректифікаційна колона містить корпус та розміщені на різних рівнях по висоті тарілки, які містять контактні та переливні пристрої. Переливні пристрої виконано у вигляді зовнішніх та внутрішніх труб, розташованих по центру та розміщених концентрично по висоті колони, де внутрішня труба може рухатись поступально, регулюючи рівень рідини.

UA 127769 U



Фиг. 4

Корисна модель належить до колонних апаратів, яка призначена для розділення однорідних бінарних і багатокомпонентних розчинів на окремі компоненти або на фракції, що збагачені одним або групою компонентів.

Відомі конструкції тарілчастих ректифікаційних колон з ковпачковими тарілками, які діаметром до 800 мм включно виготовляють нерозбірними однопотокowymi (типу ТСК-1), тарілки діаметром 1000-3600 мм виготовляють розбірними (типу ТСК-Р), та збирають з окремих секцій, число яких залежить від діаметру колони, де на них на тарілках встановлені різного типу переливні пристрої у вигляді труб, а також переливних порогів [1].

Запропонована технологія ректифікації в режимі керованих циклів затримки рідини на тарілках та синхронного її переливу з тарілки на тарілку по всій висоті колонного апарата за заданим алгоритмом при безперервній подачі в апарат пари та рідини [2].

Ректифікаційні колони з ковпачковими тарілками менш чутливі до забруднень і відзначаються більш широким інтервалом стійкості роботи при значних змінах навантажень за паром і рідиною та високою ефективністю.

Впровадження інноваційної технології ректифікації в режимі керованих циклів затримки рідини на тарілках у виробництво дозволяє підвищити ефективність міжфазового контакту і знизити витрати гріючої пари на процес ректифікації на 40 %.

Недоліком ректифікаційних колон є те, що переливні пристрої займають багато простору, яке можна було заповнити додатковими контактними пристроями, а також необхідність налаштування переливних пристроїв до початку роботи.

Недоліком інноваційної технології ректифікації в режимі керованих циклів затримки рідини на тарілках є відсутність можливості регулювання рівня рідини на тарілках, коли цього вимагає процес, а також перелив рідини з великими втратами.

В основу корисної моделі поставлена задача:

По-перше, звільнити простір тарілки, для установки додаткових контактних пристроїв, для підвищення ефективності.

По-друге, полегшити експлуатацію та обслуговування колони в цілому.

По-третє, забезпечити можливість одночасного регулювання рівня рідини на всіх тарілках та закриття їх за необхідності без суттєвих втрат.

Поставлена задача вирішується тим, що в ректифікаційну колону впроваджується переливний пристрій, який розташовується по центру, у вигляді зовнішньої 10 та внутрішньої 11 центральних труб, розташованих концентрично. В зовнішній 10 та внутрішній 11 центральних трубах виконано отвори 23, які центруються у вертикальних площинах, які проходять через вісь апарата та відділені направляючими ребрами 22, одне з яких продовжено до корпусу 1 та з'єднано з ним прокладкою 25, які приварено до зовнішньої труби 10, яка приварена до основи тарілки 19. Зазор між трубами забезпечується прокладками 12, які укладаються в кільцеву проточку зовнішньої труби 10. Для відділення рідини, яка заповнює тарілку від рідини, яка зливається з неї, у внутрішній трубі 11 приварено днища зі стінками 15 заокругленої форми з отворами 28, а між прокладками 12 укладається прокладка 27 в паз між кільцевими проточками. Отвір для зливу 24 знаходиться між прокладками 27 та відповідно більшим та меншим ребром 22. Внутрішня труба 11 є розбірною та складається з окремих труб з'єднаних фланцевим з'єднанням 16. Основа тарілки 19 закріплена на опорній рамі 21 через прокладку 20 болтовим з'єднанням. Штуцери для входу початкової суміші 5 та флегми 4 вставляються в корпус колони, а далі в отвір

13 зовнішньої труби 10 та проріз 14 внутрішньої труби 11. Завдяки прорізі

14 внутрішня труба 11 не прокручується. Внутрішню трубу 11 закріплено до підйомного механізму 16, устрій якого описано в [3], який закріплено до балки 17, яка закріплена на корпусі 1, та приводиться в рух вентилем 18.

Суть корисної моделі пояснюється кресленнями: фіг. 1, фіг. 2, фіг. 3 (вигляд А), фіг. 4 (вигляд Б), фіг. 5 (вигляд В), фіг. 6 (вигляд Д), фіг. 7 (вигляд Е1, Е2, Е3), фіг. 8 (вигляд Ж), фіг. 9 (вигляд З).

Принцип роботи ректифікаційної колони наочно показано на фіг. 1 та фіг. 5 (вигляд В), де показано рух потоку суміші. Через штуцер 5 подається вихідна суміш, яка потрапляє в центральну внутрішню трубу 11 на днища зі стінками 15, далі через отвори 23 внутрішньої труби 11 та зовнішньої 10 заповнює тарілку 19 та розподіляється направляючими ребрами 22, які розділяють отвори для того, щоб рідина не минула контактні пристрої, направляючись до зливного отвору 24, звідки суміш потрапляє на наступну тарілку та заповнює її аналогічно. Далі суміш потрапляє до куба колони та витікає через штуцер 8 та самоплином потрапляє на випарювач, який не розглядається, де перетворюється на суміш парів високо- та низькокиплячого компоненту. Потім потрапляє через штуцер 6 назад в колону нижня частина

якого збагачується висококиплячим компонентом, а верхня - низько киплячим, який у вигляді пари дистилляту виходить з колони через штуцер 7, з якого потрапляє у конденсатор, який не розглядається, а утворений конденсат у вигляді флегми потрапляє назад у колону. Готовий продукт виходить через штуцер 9. На фіг. 7 (вид Е1, Е2, Е3) показано можливі положення внутрішньої труби, яка може рухатися поступально вгору та вниз: мінімальний (вигляд Е1), максимальний (вигляд Е2) рівень, а також будь-який проміжний між ними та рівень, на якому внутрішня труба повністю перекривається (вигляд Е3), затримуючи при цьому суміш на тарілках, яка оброблюється парами. Як видно з фіг. 7 переливний пристрій виконано таким чином, що швидкість руху рідини не залежить від взаємного розташування отворів 23, оскільки вільна поверхня зазору між трубами 10 та 11 не менше вільної поверхні отворів в них. Для спорожнення колони труба 11 виставляється на мінімальний рівень (вид Е1), де з усіх тарілок суміш зливається в отвір 24, а суміш, що залишилась в зазорі між трубами 10 та 11 потрапляє назад в отвори 23 труби 11, де потрапляє до днища зі стінками 15, звідки зливається через отвір 28. Після чого зазор між трубами 10 та 11 також спорожнено.

Перевагою даної конструкції є те, що та тарілці можна розташувати більше контактних пристроїв, що підвищує її ефективність. Колона має кращі експлуатаційні характеристики та можливість одночасного регулювання рівня рідини на всіх тарілках прямо під час процесу, а також закриття їх для затримки рідини за необхідності.

Джерела інформації:

1. ОСТ 26-01-66-86. "Тарелки колпачковые стальных колонных аппаратов. Параметры, конструкция и размеры".

2. УДК 663.551 Ю.В. Булій, канд. техн. наук П.Л. Шиян, д-р техн. Наук Національний університет харчових технологій А.П. Дмитрук А.1. Малигін ТОВ "Техінсервіс-процес" ТЕХНОЛОГІЯ РЕКТИФІКАЦІЇ В РЕЖИМІ КЕРОВАНИХ ЦИКЛІВ.

3. Заявка у 2018 10759 UA, МПК В04В 7/00. Ректифікаційна колона / Р.В.Кичак; дата подання заявки 26.01.2018 р.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

1. Ректифікаційна колона, що містить корпус та розміщені на різних рівнях по висоті тарілки, які містять контактні та переливні пристрої, яка **відрізняється** тим, що переливні пристрої виконано у вигляді зовнішніх та внутрішніх труб, розташованих по центру та розміщених концентрично по висоті колони, де внутрішня труба, рухаючись поступально, регулює рівень рідини.

2. Ректифікаційна колона за п. 1, яка **відрізняється** тим, що вона містить переливну зовнішню трубу, до якої приварено направляючі ребра, які приварено до тарілок.

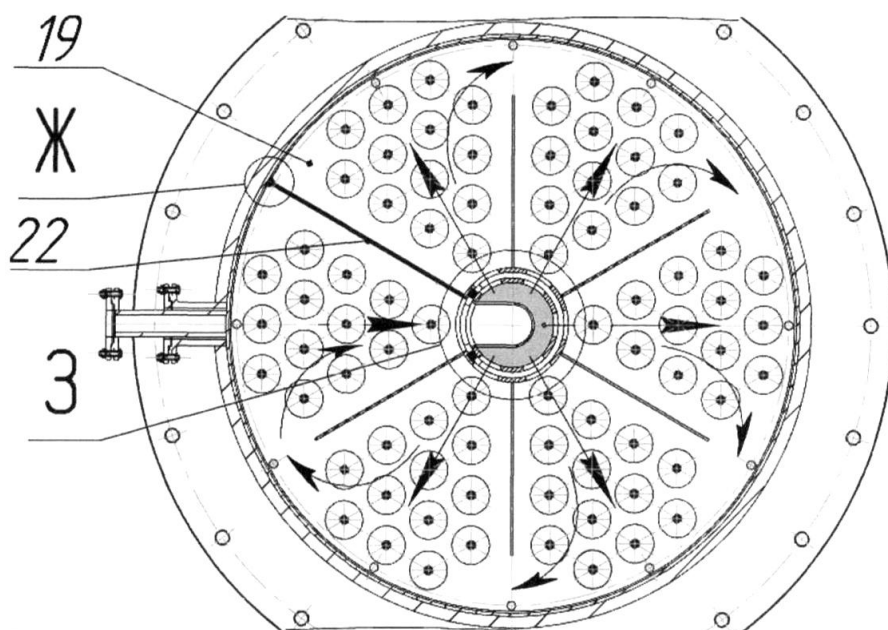
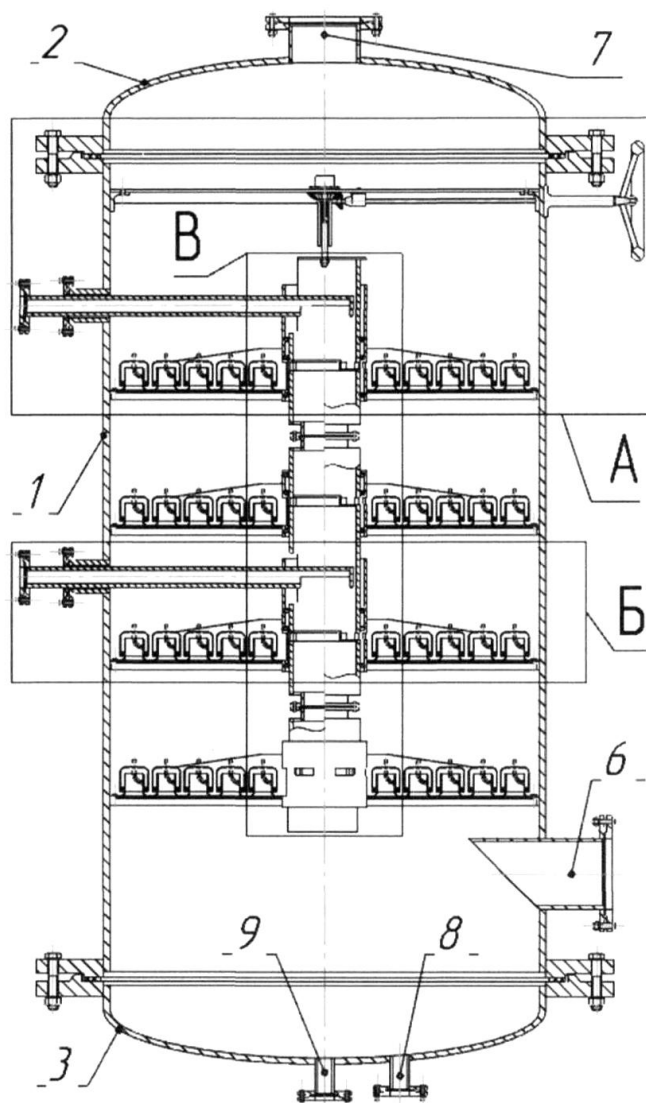
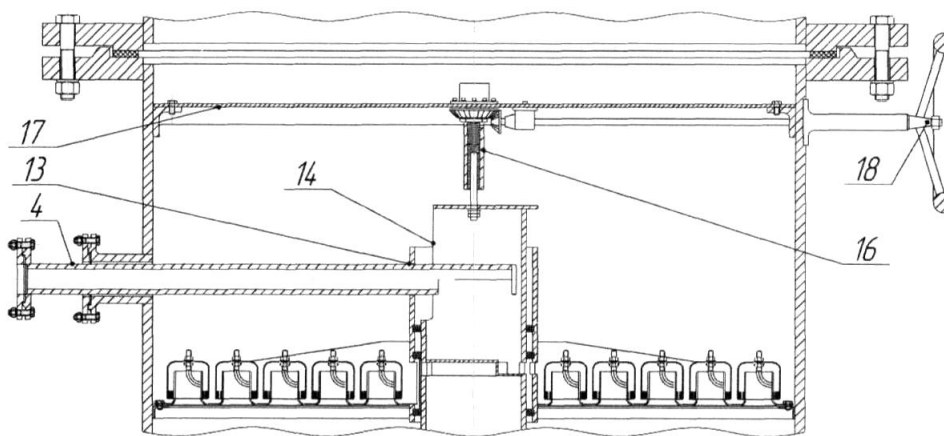


Fig. 1

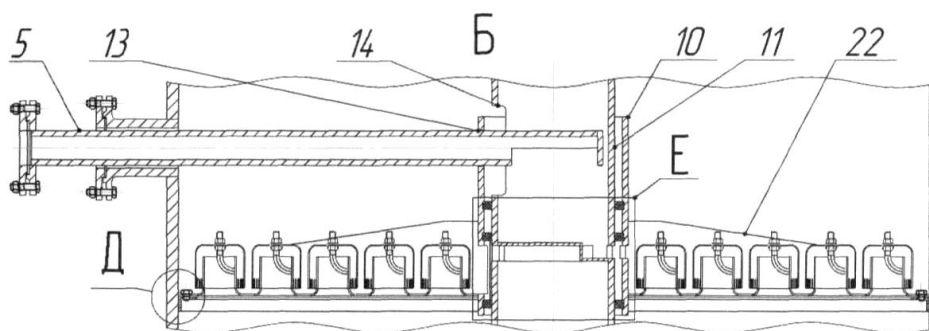


Фиг. 2

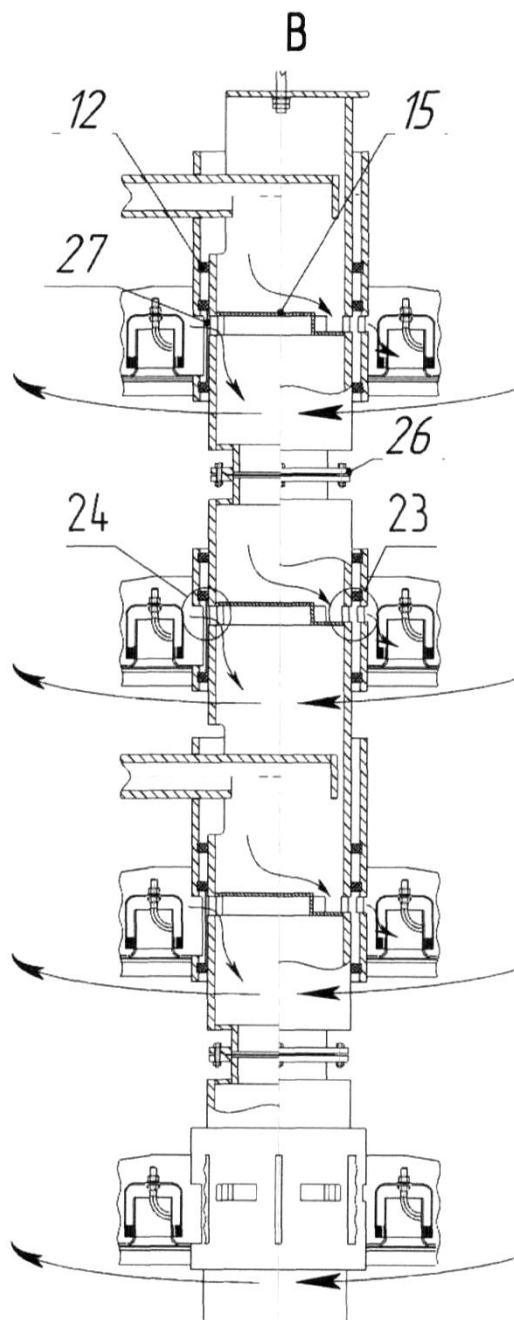
A



Фиг. 3



Фиг. 4



Фиг. 5

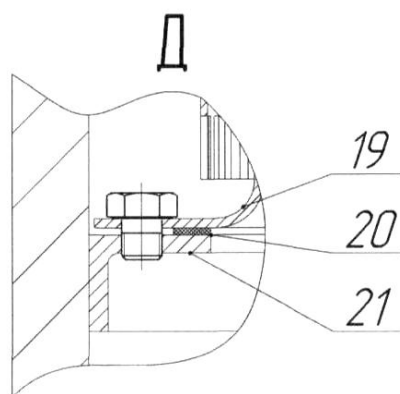


Fig. 6

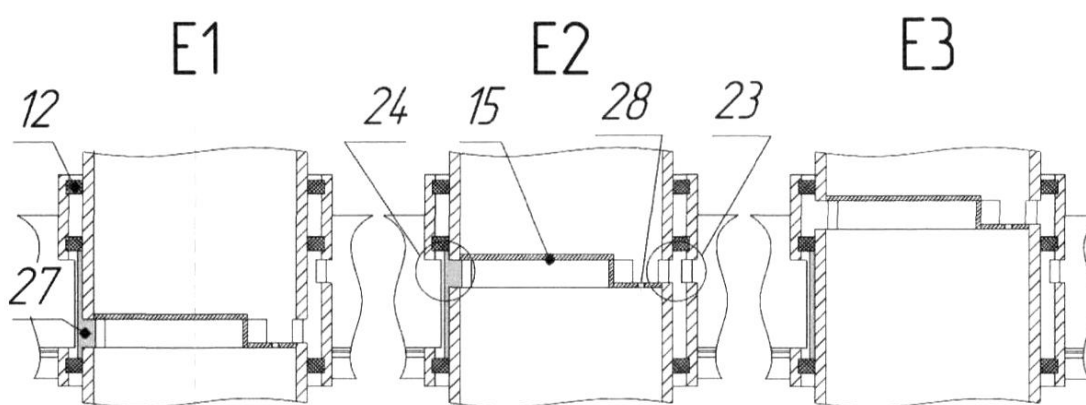


Fig. 7

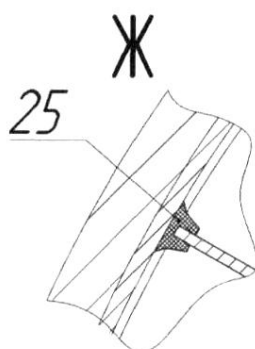


Fig. 8

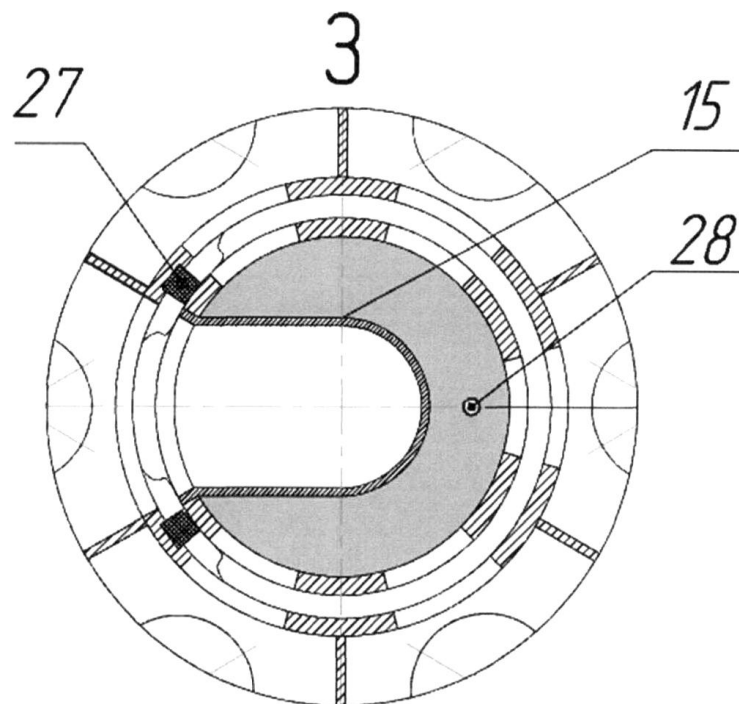


Fig. 9

Комп'ютерна верстка В. Мацело

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601



МІНІСТЕРСТВО
ЕКОНОМІЧНОГО
РОЗВИТКУ І ТОРГІВЛІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **132434**

(13) **U**

(51) МПК

B01J 19/32 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2018 09718**

(22) Дата подання заявки: **28.09.2018**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **25.02.2019**

(46) Публікація відомостей **25.02.2019, Бюл.№ 4**
про видачу патенту:

(72) Винахідник(и):

**Камінський Всеволод Сергійович (UA),
Гулієнко Сергій Валерійович (UA)**

(73) Власник(и):

**Камінський Всеволод Сергійович,
вул. Волгоградська, 41, кв. 69, м. Київ-214,
03141 (UA),
Гулієнко Сергій Валерійович,
просп. Оболонський, 36, кв. 181, м. Київ-
214, 04214 (UA)**

(54) НАСАДКОВИЙ МАСООБМІННИЙ АПАРАТ

(57) Реферат:

Насадковий масообмінний апарат містить корпус, розподільник рідини, штуцер для відведення рідини, штуцер для введення і відведення газу, заповнений насадкою, що складається з вертикально підвішених ланцюгів, розміщених концентрично. Ланцюги з'єднані між собою поперечними ланками.

UA 132434 U

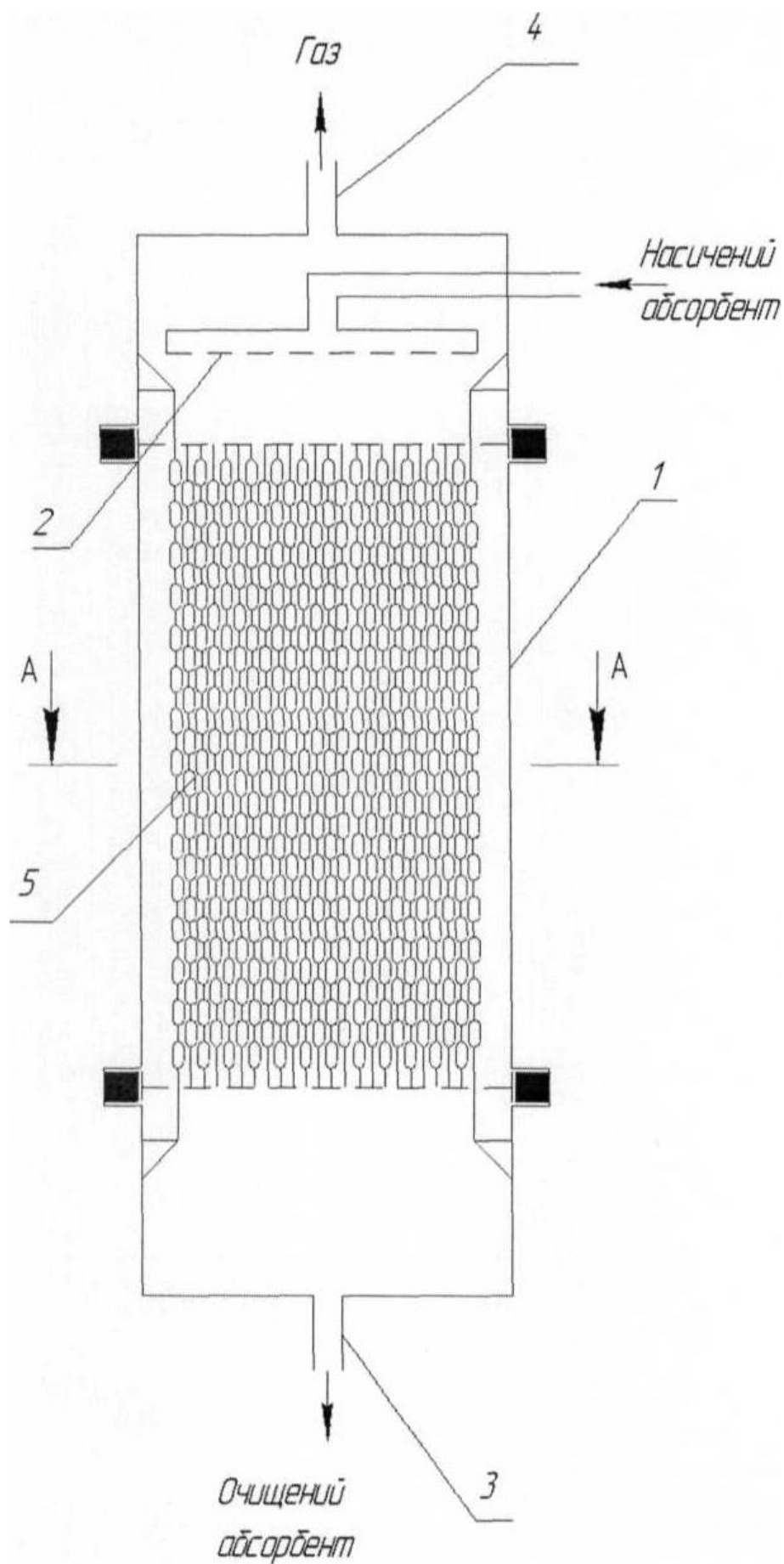


Fig. 1

Корисна модель належить до конструкцій насадкових апаратів, які застосовуються для проведення масообмінних процесів в системі газ-рідина, у таких як процес ректифікації, абсорбції, десорбції, очистки і осушення природного газу. Корисна модель здатна знайти застосування в технологічних процесах хімічної, нафтової, газової та інших галузей промисловості.

Найближчим аналогом за технічною суттю до корисної моделі є насадковий масообмінний апарат [патент RU № 2465957 С1, МПК В01J 19/32, заява 2011141617/05, опубліковано 13.10.2011], що містить корпус, розподільник рідини, штуцер відводу рідини, штуцер відводу газу, заповнений насадкою, що складається з вертикальних підвісних ланцюгів, відрізняється тим, що ланки ланцюгів мають витягнуту овальну форму, відстань між ланцюгами дорівнює діаметру прутка, сусідні ланки одного ланцюга розташовані перпендикулярно один до одного, при цьому ланцюги приводяться у коливальний рух з частотою не менше 2 Гц електромагнітним коливальним пристроєм, розташованим у верхній і нижній частинах апарата.

Дана конструкція дозволяє створити більш благополучні умови для протікання процесів масообміну, ніж у аналогів такої конструкції.

Недоліком конструкції є відносно невисока питома поверхня насадки.

В основу корисної моделі поставлена задача збільшення питомої поверхні насадки.

Поставлена задача вирішується тим, що у насадковому масообмінному апараті, що містить корпус, розподільник рідини, штуцер для відведення рідини, штуцер для введення і відведення газу, заповнений насадкою, що складається з вертикально підвішених ланцюгів, розміщених концентрично, згідно з корисною моделлю, ланцюги з'єднані між собою поперечними ланками.

Таке виконання дозволяє збільшити питому поверхню насадки.

Корисна модель пояснюється кресленнями. На Фіг. 1 показано загальний вигляд апарата, на Фіг. 2 - переріз А-А, на Фіг. 3 показана насадка.

Насадковий масообмінний апарат містить корпус 1, розподільник рідини 2, штуцер для відведення рідини 3, штуцер для введення і відведення газу 4, заповнений насадкою 5, що складається з вертикально підвішених ланцюгів, розміщених концентрично, який відрізняється тим, що ланцюги з'єднані між собою поперечними ланками.

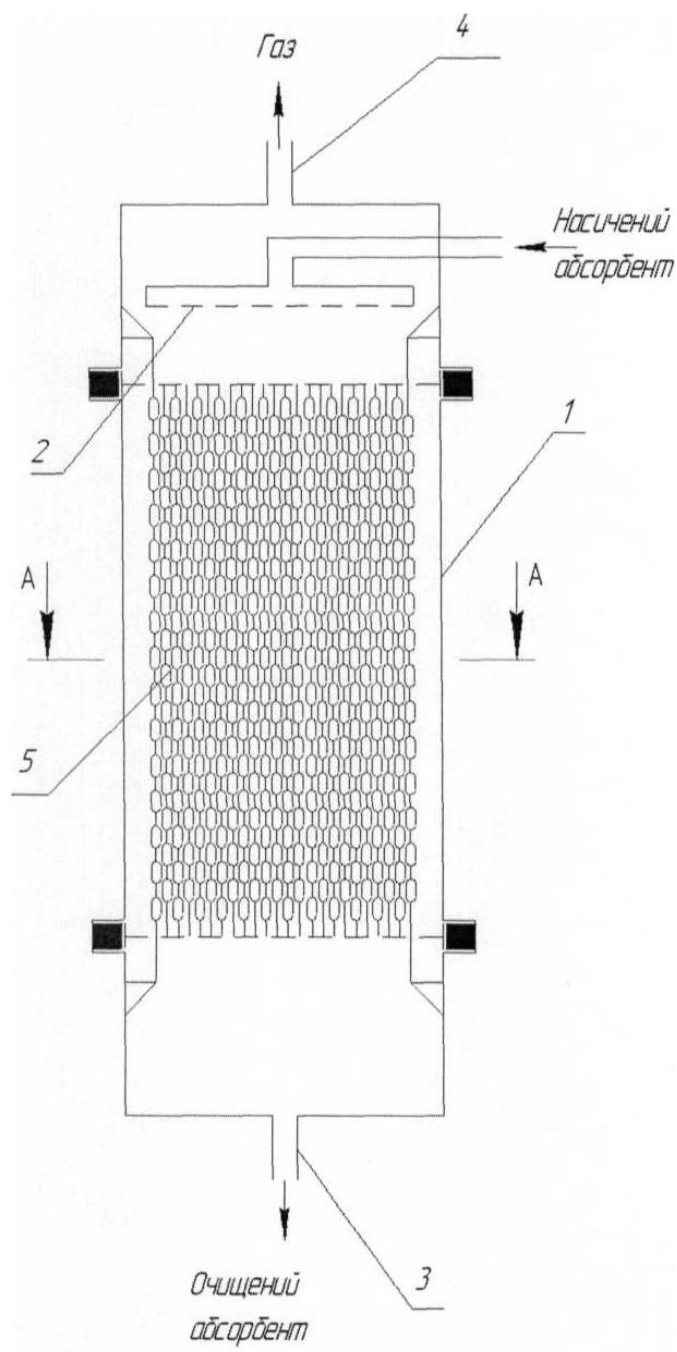
Насадковий масообмінний апарат працює наступним чином.

У верхню частину апарата на ланцюзі через штуцер і розподільний пристрій 2 подається насичений газом рідкий абсорбент. Рідина стікає плівкою зверху вниз по ланках ланцюгів 5. Можливе утворення натягнутої плівки рідини всередині ланки ланцюга. Така плівка з двох сторін стикається з потоком газу, що призводить до збільшення поверхні масообміну. Газ, що виділився, піднімається від низу до верху по криволінійних каналах ланцюгами. Поперечний переріз каналів по висоті змінюється, і тому в місцях звужень потоку формуються підвищені швидкості газу і, як наслідок, в таких областях формується знижений тиск. В результаті це призводить до руху ланок ланцюга, що намагаються рухатись в область зниженого тиску. Внаслідок цього ланцюг набуває коливального руху. При взаємодії на поверхні насадки потоків газу і рідини відбувається масоперенос компонента з рідкої фази в газову фазу. Газ, що виділився, відводиться через штуцер у верхній частині апарата. Очищений абсорбент відводиться через штуцер в нижній частині апарата.

Таке виконання дозволяє збільшити питому поверхню насадки, що збільшить ефективність протікання процесу.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Насадковий масообмінний апарат, що містить корпус, розподільник рідини, штуцер для відведення рідини, штуцер для введення і відведення газу, заповнений насадкою, що складається з вертикально підвішених ланцюгів, розміщених концентрично, який **відрізняється** тим, що ланцюги з'єднані між собою поперечними ланками.



Фиг. 1

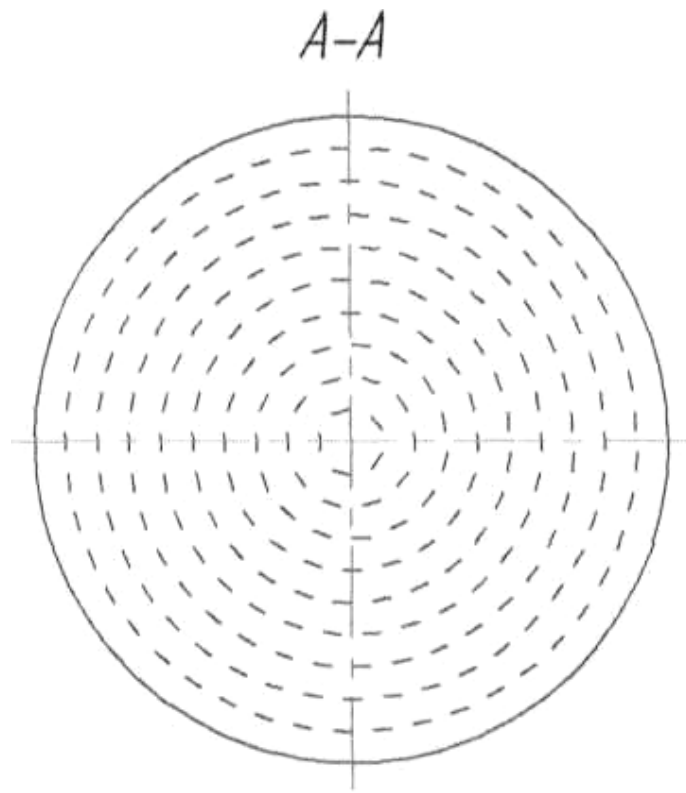


Fig. 2

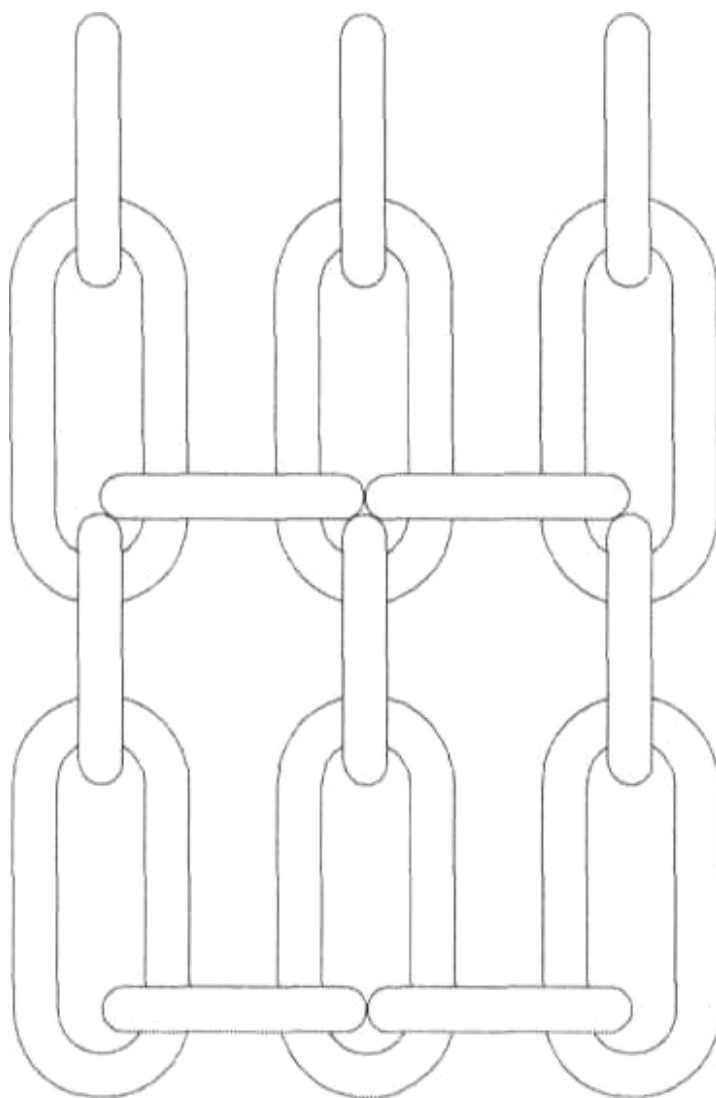


Fig. 3

Комп'ютерна верстка М. Мацело

Міністерство економічного розвитку і торгівлі України, вул. М. Грушевського, 12/2, м. Київ, 01008, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum:
21. Februar 2019 (21.02.2019)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2019/034577 AI

(51) Internationale Patentklassifikation:

C07C 67/54 (2006.01) C07C 69/54 (2006.01)
C07C 67/08 (2006.01) C12P 7/42 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP20 18/071863

(22) Internationales Anmeldedatum:
13. August 2018 (13.08.2018)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
17186691.6 17. August 2017 (17.08.2017) EP

(71) Anmelder: BASF SE [DE/DE]; Carl-Bosch-Strasse 38,
67056 Ludwigshafen am Rhein (DE).

(72) Erfinder: LANG, Ortmund; Carl-Bosch-Strasse 38,
67056 Ludwigshafen (DE). BLASCHKE, Tim; Scheldela-
an 600, 2040 Antwerpen (BE). RAITH, Christian; Carl-
Bosch-Strasse 38, 67056 Ludwigshafen (DE). SCHAF-
RANKA, Michael; Carl-Bosch-Strasse 38, 67056 Lud-
wigshafen (DE). HECHLER, Claus; Carl-Bosch-Strasse
38, 67056 Ludwigshafen (DE).

(74) Anwalt: BASF IP ASSOCIATION; BASF SE, G-FLP -
C006, 67056 Ludwigshafen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,
AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY,
BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM,
DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN,
KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD,
ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO,
NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW,
SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM,
TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,

GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST,
SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ,
RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ,
DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT,
LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI,
SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN,
GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Erklärungen gemäß Regel 4.17:

- hinsichtlich der Berechtigung des Anmelders, ein Patent zu
beantragen und zu erhalten (Regel 4.1 7 Ziffer ix)
- Erfindererklärung (Regel 4.1 7 Ziffer iv)

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz
3)

(54) Title: METHOD FOR CONTINUOUSLY PRODUCING ACRYLIC ACID N-BUTYL ESTER OR ACRYLIC ACID ISOBUTYL
ESTER

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR KONTINUIERLICHEN HERSTELLUNG VON ACRYLSÄURE-N-BUTYLESTER ODER
ACRYLSÄURE-ISOBUTYLESTER

(57) Abstract: The invention relates to a method for continuously producing an acrylic acid butyl ester $H_2C=CH-C(=O)OR$, with R =
n-butyl or isobutyl, wherein aqueous 3-hydroxypropionic acid is reacted under dehydrating and esterifying conditions in the presence
of the corresponding butanol R-OH in a reactor with a rectification column and the formed acrylic acid butyl ester, unreacted butanol
and introduced and formed water are distilled off at the top as a ternary azeotrope, after Separation into a liquid aqueous phase and a
liquid organic phase the aqueous phase and the organic phase are each at least partially ejected, and the organic phase, containing the
acrylic acid butyl ester and the butanol, is separated by distillation.

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung eines Acrylsäurebutylesters $H_2C=CH-C(=O)OR$, mit R = n-Butyl
oder iso-Butyl, wobei man wässrige 3-Hydroxy-propionsäure unter dehydratisierenden und verestenden Bedingungen in Gegenwart
des entsprechenden Butanols R-OH in einem Reaktor mit Rektifikationskolonne umsetzt und gebildeten Acrylsäurebutylester, unum-
gesetztes Butanol sowie eingesetztes und gebildetes Wasser als ternäres Azeotrop über Kopf abdestilliert, nach Scheidung in eine je-
weils flüssige wässrige und organische Phase die wässrige und die organische Phase jeweils zumindest teilweise ausschleust und die
organische Phase, enthaltend den Acrylsäurebutylester und das Butanol, destillativ auftrennt.



WO 2019/034577 A1

Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Acrylsäure-n-butylester oder Acrylsäure-iso-butylester

Beschreibung

5

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung eines Acrylsäurebutylesters $H_2C=CH-C(=O)OR$, mit $R = n$ -Butyl oder iso-Butyl.

Verfahren zur Herstellung von Acrylsäurealkylestern aus 3-Hydroxy-propionsäure sind bekannt.
10 Prinzipiell kann 3-Hydroxy-propionsäure zunächst in einem ersten Schritt mit einem Alkohol verestert und dann in einem nachfolgenden Schritt der resultierende 3-Hydroxy-propionsäureester zum entsprechenden Acrylsäurealkylester dehydratisiert werden. Alternativ kann 3-Hydroxy-propionsäure auch zunächst in einem ersten Schritt dehydratisiert werden und dann in einem nachfolgenden Schritt die resultierende Acrylsäure mit einem Alkohol verestert
15 werden.

WO 03/082795 A2 (Cargill, Inc.) beschreibt in Beispiel 13 (Seite 14) eine Eintopf-Synthese von n-Butylacrylat ausgehend von wässriger 3-Hydroxypropionsäure und n-Butanol (Katalysator: H_2SO_4). Das Verfahren erfolgt in drei Schritten: zunächst wird das Wasser vollständig abdestil-
20 liert, dann wird in einer Destillationsapparatur n-Butanol abgetrennt und schließlich, nach Temperatur- und Druckerniedrigung, aus dem Rückstand das Produkt n-Butylacrylat abdestilliert. Die Ausbeute beträgt lediglich 37 %.

WO 2015/03621 8 A 1 (BASF SE) beschreibt ein Verfahren zur Dehydratisierung von wässriger
25 3-Hydroxy-propionsäure zu Acrylsäure.

Die Veresterung von Acrylsäure mit einem Alkohol kann insbesondere nach den Verfahren gemäß DE 196 04 267 A 1 (BASF AG) oder EP 765 859 A 1 (BASF AG) erfolgen:
30 DE 196 04 267 A 1 offenbart ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Alkylestern der (Meth)acrylsäure wobei die Aufarbeitung in zwei miteinander verschalteten Rektifikationseinheiten erfolgt.

EP 765 859 A 1 lehrt ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Acrylsäurealkylestern bei dem die Reaktionszone aus einer Kaskade von mindestens zwei hintereinandergeschalteten Reaktionsbereichen besteht.
35

EP 1 182 189 B 1 (Rohm and Haas Company) betrifft ein Verfahren zum fortlaufenden Wieder- gewinnen von n-Butylacrylat aus einem Veresterungsreaktionsgemisch.

WO 2012/071 158 A 1 (Rohm and Haas Company) beschreibt ein spezielles Destillationsverfah-
40 ren für Ci-4-Alkyl(meth)acrylate, wobei der verdampfte Reaktorinhalt direkt in eine Kolonne geleitet wird.

Ein möglicher Weg zur Herstellung von 3-Hydroxypropionsäure verläuft über Glukose durch Fermentation, wobei die Glukose aus nachwachsenden Rohstoffen wie zum Beispiel Mais ge-

wonnen wird. Die Herstellung von 3-Hydroxypropionsäure durch Fermentation wird beispielsweise in WO 2012/074818 A2 (Novozymes, Inc.) beschrieben.

5 Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, unter Überwindung von Nachteilen des Stands der Technik, ein verbessertes wirtschaftliches Verfahren zur Herstellung von Acrylsäure-n-butylester und Acrylsäure-iso-butylester bereitzustellen. Das Herstellungsverfahren sollte zudem besonders einfach zu realisieren und durchzuführen und zudem besonders wirtschaftlich sein.

10 Demgemäß wurde ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung eines Acrylsäurealkylesters $H_2C=CH-C(=O)OR$, mit $R = n$ -Butyl oder iso-Butyl, gefunden, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass man wässrige 3-Hydroxy-propionsäure unter dehydratisierenden und veresternden Bedingungen in Gegenwart des entsprechenden Butanols $R-OH$ in einem Reaktor mit Rektifikationskolonne umsetzt und gebildeten Acrylsäurebutylester, unumgesetztes Butanol sowie ein-

15 gesetztes und gebildetes Wasser als ternäres Azeotrop über Kopf abdestilliert, nach Scheidung in eine jeweils flüssige wässrige und organische Phase die wässrige und die organische Phase jeweils zumindest teilweise ausschleust und die organische Phase, enthaltend den Acrylsäure-butylester und das Butanol, destillativ auftrennt.

20 Erfindungsgemäß wurde erkannt, dass mit dem erfindungsgemäßen Verfahren u.a. folgende Vorteile erzielt werden:

Durch den Einsatz von 3-Hydroxy-propionsäure kann ein nahezu Acetat-freier Acrylsäure-butylester hergestellt werden. Unter ‚Acetat‘ ist hier n-Butyl- bzw. iso-Butylacetat [$H_3C-C(=O)-OR$] zu verstehen.

25 In den konventionellen Anlagen zur Herstellung von Acrylsäure (als Zwischenstufe für die anschließende Veresterung) muss die bei der Reaktion neben der gebildeten Acrylsäure ebenfalls entstehende Essigsäure aufwendig abgetrennt werden, um eine Acetatbildung bei der anschließenden Veresterung mit dem Alkohol zu vermeiden.

Weiterhin wird in einer besonderen Ausgestaltung durch ein verbessertes Regelkonzept (s.u.) eine nochmals höhere Ausbeute an Acrylsäurebutylester bei niedrigerem Energieverbrauch und

30 nochmals verbesserter Qualität (insb. Reinheit) erzeugt.

Darüber hinaus werden in besonderen Ausgestaltungen weiter erhöhte Ausbeuten und/oder Produktreinheiten durch eine besondere Anfahrstrategie (s.u.) und/oder ein besonderes Stabilisierungskonzept (s.u.) erzielt.

35 In einer bevorzugten Verfahrensvariante handelt es sich bei der eingesetzten 3-Hydroxy-propionsäure um biobasierte 3-Hydroxy-propionsäure.

Unter "biobasierter 3-Hydroxy-propionsäure" ist eine solche zu verstehen, die ausgehend von nachwachsenden Rohstoffen hergestellt wurde.

Weiter bevorzugt ist, dass die biobasierte 3-Hydroxy-propionsäure durch Fermentation, insb.

40 aus Glukose, Xylose, Arabinose, Sukrose, Fruktose, Cellulose, Glukose-Oligomere und/oder Glycerin durch Fermentation, besonders mit anschließender Reinigung, hergestellt wurde. Z.B. ist aus WO 2012/074818 A2 (Novozymes, Inc.) die Herstellung von biobasierter 3-Hydroxy-

Propionsäure (kurz: Bio-3-Hydroxy-propionsäure, noch kürzer: Bio-HPS) aus Zuckern wie Glukose durch Fermentation und anschließender Reinigung bekannt.

Die so erzeugte wässrige Bio-3-Hydroxy-propionsäure enthält beispielsweise neben Wasser im Wesentlichen folgende Bestandteile:

5

35 bis 70 Gew.-% 3-Hydroxy-propionsäure.
 0 bis 20 Gew.-% oligomere 3-Hydroxy-propionsäure,
 0 bis 10 Gew.-% Acrylsäure,
 0 bis 1 Gew.-% oligomere Acrylsäure

10

0,01 bis 0,1 Gew.-% Glykolsäure,
 0,01 bis 0,1 Gew.-% 2-Hydroxy-propionsäure,
 0,005 bis 0,05 Gew.-% Ameisensäure,
 0 bis 0,15 Gew.-%, besonders 0,0 bis 0,05 Gew.-%, z.B. 0,005 bis 0,10 Gew.-%, Essigsäure,

15

0,005 bis 0,05 Gew.-% Bernsteinsäure,
 0,005 bis 0,05 Gew.-% Fumarsäure,
 0,0001 bis 0,01 Gew.-% Formaldehyd,
 0,0001 bis 0,01 Gew.-% Acetaldehyd,
 0,0001 bis 0,01 Gew.-% Methanol und

20

0,0001 bis 0,01 Gew.-% Ethanol.

Bevorzugt beträgt das molare Einsatzverhältnis von Butanol R-OH zu 3-Hydroxy-propionsäure ≥ 1 und liegt weiterhin bevorzugt unterhalb von 5. Besonders vorteilhaft ist ein molares Einsatzverhältnis von Butanol R-OH zu 3-Hydroxy-propionsäure im Bereich von 1 : 1 bis 3 : 1. Ganz

25

besonders bevorzugt ist ein molares Einsatzverhältnis im Bereich von 1,1 : 1 bis 1,8 : 1.

Die dehydratisierenden und gleichzeitig veresternden Bedingungen sind bevorzugt dadurch gekennzeichnet, dass eine katalytisch wirksame Menge einer Säure zugegen ist. Gemäß einer vorteilhaften Ausbildung der Erfindung beträgt der Gehalt an katalytisch wirksamer Säure im

30 Reaktor, bezogen auf das darin enthaltene Reaktionsgemisch, 0,1 bis 20 Gew.-%, besonders 5 bis 15 Gew.-%, weiter besonders 7 bis 10 Gew.-%. Bevorzugte Säuren sind Mineralsäuren, wie Schwefelsäure, Phosphorsäure, sowie organische Sulfonsäure. Untern den organischen Sulfonsäuren sind Methansulfonsäure, Benzolsulfonsäure, Dodecylbenzolsulfonsäure und/oder p-Toluolsulfonsäure bevorzugt. Auch kann ein Gemisch aus organischer(organsichen) Sulfonsäure(n) und Mineralsäure(n), z.B. Schwefelsäure, eingesetzt werden. Besonders bevorzugt ist es,

35 als Veresterungs- und Dehydratisierungskatalysator(en) Schwefelsäure und/oder organische Sulfonsäure(n) einzusetzen.

40

Die Umsetzung der Reaktanden, also der Edukte 3-Hydroxy-propionsäure und Butanol R-OH, im Reaktor erfolgt bevorzugt bei einer Temperatur im Bereich von 80 bis 170 °C, besonders im Bereich von 100 bis 155 °C, weiter besonders im Bereich von 120 bis 140 °C.

Die Verweilzeit der Reaktanden, also der Edukte 3-Hydroxy-propionsäure und Butanol R-OH, im Reaktor beträgt bevorzugt 1 bis 20, weiter bevorzugt 2 bis 8, Stunden. Unter der Verweilzeit versteht man die Zeit, welche die Sumpfabzugsmenge (4) in dem Flüssigkeitsvolumen des Reaktionsbehälters (1) verweilt.

5

Im einfachsten Fall ist die Rektifikationskolonne (6) direkt auf den Reaktionsbehälter (1) (Reaktionsbehälter = Reaktor) aufgesetzt, wobei in der Regel die aus dem Reaktionsbehälter aufsteigenden Brüden (5) zu den in die Rektifikationskolonne geführten Rücklaufmengen (13; 15) im Gegenstrom geführt werden.

10 Die direkt aufgesetzte Kolonne bietet den Vorteil, die im Reaktor (1) entstehenden Brüden (5) unmittelbar ohne zusätzliche Rohrleitungen in die Rektifikationskolonne (6) und die in der Kolonne ablaufende Flüssigkeit (7) direkt in den Reaktor (1) zu befördern.

Es ist jedoch auch eine getrennte Anordnung von Reaktionsbehälter (1) und Rektifikationskolonne (6) möglich, mit entsprechenden Rohrleitungen zur Zuführung der Brüden in die Kolonne sowie zum Ablauf der durch die Rektifikationskolonne strömenden Flüssigkeit in den Reaktionsbehälter. Auch solch eine Ausführungsform mit indirekt aufgesetzter Kolonne ist vom Begriff 'Reaktor mit Rektifikationskolonne' umfasst.

15 Die Rektifikationskolonne (6) ist von an sich bekannter Bauart und weist die üblichen Einbauten auf. Als Kolonneneinbauten kommen prinzipiell alle gängigen Einbauten in Betracht, beispielsweise Böden, Packungen und/oder Schüttungen. Unter den Böden sind Glockenböden, Siebböden, Ventilböden, Thormannböden und/oder Dual-Flow-Böden bevorzugt, unter den Schüttungen sind solche mit Ringen, Wendeln, Sattelkörpern, Raschig-, Intos- oder Pall-Ringen, Berl- oder Intalox-Sätteln oder Geflechten bevorzugt. Besonders bevorzugt sind Dual-Flow-Böden. Die Wirksamkeit derartiger Einbauten innerhalb der Rektifikationskolonne sollte bevorzugt wenigstens fünf theoretischen Stufen, z.B. im Bereich von 6 bis 40 theoretischen Stufen, entsprechen; besonders bevorzugt ist eine Trennleistung von 10 bis 30 theoretischen Stufen vorzusehen.

20 Im erfindungsgemäßen Verfahren liegt der Druck am Kopf der Rektifikationskolonne (6) bevorzugt im Bereich von 0,2 bis 5,0 bar, besonders im Bereich von 0,3 bis 3,0 bar, weiter besonders im Bereich von 0,5 bis 1,2 bar.

Bevorzugt erfolgt die Scheidung in eine wässrige und eine organische Phase mittels eines Phasenscheiders. In einem solchen Apparat können zwei nicht miteinander homogen mischbare Flüssigkeiten durch deren Dichteunterschied getrennt werden. Zumindest ein Teil der anfallenden wässrigen Phase, die neben Wasser auch noch Butanol R-OH und in Spuren ggf. weitere Komponenten enthält, wird ausgeschleust. Besonders bevorzugt werden 10 bis 80 Gew.-%, weiter besonders 20 bis 70 Gew.-%, der anfallenden wässrigen Phase ausgeschleust. Der Rest wird jeweils, bevorzugt in die Rektifikationskolonne (6), zurückgeführt.

35 Bevorzugt wird ein Teil der anfallenden organischen Phase ebenfalls, bevorzugt in die Rektifikationskolonne, zurückgeführt. Besonders werden 0 bis 80 Gew.-%, z.B. 1 bis 75 Gew.-%, weiter besonders 5 bis 50 Gew.-% der organischen Phase, bevorzugt in die Rektifikationskolonne,

zurückgeführt. Der andere Teil wird ausgeschleust, und einer destillativen Auftrennung zugeführt.

Die destillative Auftrennung der ausgeschleusten organischen Phase enthaltend den Acrylsäurebutylester und das Butanol (R-OH) erfolgt bevorzugt derart, dass in einer nachgeschalteten Rektifikationskolonne das Butanol über Kopf abgetrennt wird (wie z.B. in EP 765 859 A 1 (BASF AG) beschrieben). Vorzugsweise führt man das so abgetrennte Butanol in den Reaktor zurück (s.u.). Zweckmäßigerweise erfolgt die Rückführung kontinuierlich, mit oder ohne Zwischenbehälter.

Die resultierende Sumpfflüssigkeit dieser Rektifikationskolonne besteht im Wesentlichen aus dem Acrylsäurebutylester sowie geringen Mengen an Schwersiedern und eingesetztem Stabilisator (z.B. sog. Prozessstabilisator; z.B. insbesondere Phenothiazin (PTZ)).

In einer weiteren nachgeschalteten Rektifikationskolonne wird der Acrylsäurebutylester üblicherweise über Kopf abgetrennt. Bei der Kondensation wird bevorzugt ein Stabilisator (sog. Lagerstabilisator; z.B. insbesondere MeHQ) zugegeben. Die die schwerer siedenden Nebenprodukte enthaltende Sumpfflüssigkeit dieser Rektifikationskolonne wird zweckmäßigerweise bevorzugt in den Reaktor zurückgeführt, vorzugsweise kontinuierlich, mit oder ohne Zwischenbehälter.

Eine besondere Ausführungsform (ebenfalls beschrieben in EP 765 859 A 1 (BASF AG)) besteht darin, dass der Acrylsäurebutylester aus der Rektifikationskolonne zur Rückgewinnung von Butanol durch einen Seitenabzug nach Abscheidung eventuell mitgerissener Flüssigkeitströpfchen entnommen und zum Reinerster kondensiert wird. Bei der Kondensation wird diesem ein Stabilisator (der sog. Lagerstabilisator; z.B. insbesondere p-Methoxy-phenol (MeHQ)) zugegeben. In diesem Ausführungsfall wird der Sumpfaustrag der Butanol-Rektifikationskolonne (in der Hauptsache bestehend aus Acrylsäurebutylester) vorzugsweise zurück in den Reaktor geführt.

Das nach der Auftrennung erhaltene Butanol wird besonders vorteilhaft zumindest teilweise zur Umsetzung in den Reaktor zurückgeführt. Bevorzugt werden 5 bis 100 Gew.-%, weiter bevorzugt 80 bis 100 Gew.-%, des Alkohols zurückgeführt.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird besonders bevorzugt zur Herstellung von Acrylsäure-n-butylester, wobei man wässrige, besonders biobasierte, 3-Hydroxy-propionsäure in Gegenwart des Alkohols n-Butanol umsetzt, eingesetzt.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren kann Acrylsäure-n-butylester mit insbesondere einer Reinheit von $\geq 99,0$ Gew.-%, weiter besonders $\geq 99,5$ Gew.-%, und einem Gehalt an n-Butylacetat von ≤ 1000 ppm, weiter besonders von ≤ 100 ppm, hergestellt werden. Insbesondere beträgt der Gehalt an Acrylsäure < 100 ppm, z.B. 5 bis 80 ppm.

Mit dem erfindungsgemäßen Verfahren kann Acrylsäure-iso-butylester mit insbesondere einer Reinheit von $\geq 99,0$ Gew.-%, weiter besonders $\geq 99,5$ Gew.-%, und einem Gehalt an iso-

Butylacetat von ≤ 1000 ppm, weiter besonders von ≤ 100 ppm, hergestellt werden. Insbesondere beträgt der Gehalt an Acrylsäure < 100 ppm, z.B. 5 bis 80 ppm.

Im erfindungsgemäßen Verfahren wird der gebildete Acrylsäurebutylester bevorzugt durch geeignete Polymerisationsinhibitoren stabilisiert, um eine ungewünschte Polymerisation zu vermeiden. D.h., das erfindungsgemäße Verfahren wird bevorzugt in Gegenwart wirksamer Mengen eines Stabilisators oder mehrerer Stabilisatoren durchgeführt. Als Stabilisatoren eignen sich prinzipiell alle Polymerisationsinhibitoren, die zur Stabilisierung von Acrylsäure und Acrylsäureestern in z.B. DE 10 2005 053 982 A 1 (BASF AG) und DE 102 58 329 A 1 (BASF AG) empfohlen werden.

- 10 Geeignete Stabilisatoren können beispielsweise N-Oxide (Nitroxyl- oder N-Oxyl-Radikale, also Verbindungen, die wenigstens eine $>N-O$ -Gruppe aufweisen), wie z.B. 4-Hydroxy-2, 2,6,6-tetramethylpiperidin-N-oxyl (4HT) oder 4-Oxo-2,2, 6,6-tetramethylpiperidin-N-oxyl, Phenole und Naphthole, wie p-Methoxyphenol, p-Aminophenol, p-Nitrosophenol, 2-tert.-Butylphenol, 4-tert-Butylphenol, 2,4-Di-tert.-butylphenol, 2-Methyl-4-tert.-butylphenol, 2,6-tert.-Butyl-4-methylphenol
- 15 oder 4-tert.-Butyl-2,6-dimethylphenol, Chinone, wie z.B. Hydrochinon oder Hydrochinonmonomethylether, aromatische Amine, wie z.B. N,N-Diphenylamin, Phenylendiamine, wie z.B. N,N'-Dialkyl-p-phenylendiamin, wobei die Alkylreste gleich oder verschieden sein können und jeweils unabhängig voneinander 1 bis 4 Kohlenstoffatome aufweisen und geradkettig oder verzweigt sein können, wie z.B. N,N'-Dimethyl-p-phenylendiamin oder N,N'-Diethyl-p-phenylendiamin,
- 20 Hydroxylamine, wie z.B. N,N-Diethylhydroxylamin, Imine, wie z.B. Methylethylimin oder Methylenviolett, Sulfonamide, wie z.B. N-Methyl-4-toluolsulfonamid oder N-tert.-Butyl-4-toluolsulfonamid, Oxime, wie Aldoxime, Ketoxime oder Amidoxime, wie z.B. Diethylketoxim, Methylethylketoxim oder Salicyladoxim, phosphorhaltige Verbindungen, wie z.B. Triphenylphosphin, Triphenylphosphit oder Triethylphosphit, schwefelhaltige Verbindungen wie z.B.
- 25 Diphenylsulfid oder Phenothiazin, Metallsalze, wie z.B. Cer(III)acetat oder Cer(III)ethylhexanoat, aber auch verschiedene Kupfersalze etwa Cu(II)dialkyldithiocarbamate wie z.B. das Cu(II)dibutyldithiocarbamat und auch Cu(II)oxinat (Oxin = 4-Hydroxychinolin), zudem Mangansalze wie z.B. das Mn(II)diacetat oder Gemische davon, sein.
- Bevorzugt erfolgt die Stabilisierung mit Phenothiazin (PTZ), p-Methoxyphenol (MeHQ), Hydrochinon, Hydrochinonmonomethylether, 4-Hydroxy-2,2, 6,6-tetramethylpiperidin-N-oxyl, 4-Oxo-2,2,6,6-tetramethylpiperidin-N-oxyl, 2,6-tert.-Butyl-4-methylphenol oder Gemischen davon.
- 30 Ganz besonders bevorzugt wird Phenothiazin (PTZ) und/oder p-Methoxyphenol (MeHQ) und/oder 4-Hydroxy-2,2, 6,6-tetramethylpiperidin-N-oxyl (4HT) als Polymerisationsinhibitor verwendet.
- 35 Auch wenn die Inhibitoren als Reinsubstanz zugegeben werden können, ist es von Vorteil, den Inhibitor gelöst in einem Lösungsmittel als einfach und reproduzierbar zu dosierende Lösung zuzugeben, wobei grundsätzlich auch Inhibitormischungen in einer einzelnen Lösung möglich sind. Bevorzugt wird eine im Acrylatsyntheseverfahren bzw. dem Stoffgemisch in der Kolonne bereits vorhandene Flüssigkeit als Lösungsmittel verwendet. Besonders bevorzugt für die Wahl
- 40 als Lösungsmittel ist das Acrylatprodukt (also der Acrylsäurebutylester) selbst, Wasser oder einer der Syntheseeinsatzstoffe für das Acrylat (z.B. das Butanol R-OH).

Das erfindungsgemäße Verfahren wird vorteilhaft mit besonderen Maßnahmen zur Kontrolle bestimmter Parameter durchgeführt. Diese Prozesskontrolle erfolgt bevorzugt wie folgt:

Für die Produktion von spezifikationsgerechtem Acrylsäurebutylester, also einem Produkt mit hoher Reinheit, ist die Abtrennung von Acrylsäure vom Acrylsäurebutylester in der Rektifikationskolonne (6) von entscheidender Bedeutung.

Dabei hat sich als vorteilhaft erwiesen, ein definiertes Verhältnis zwischen dem organischen (13) und dem wässrigen Rücklauf (15) einzustellen. Dieses Rücklaufverhältnis der Ströme 13 zu 15 liegt bevorzugt im Bereich von 0,1 - 1,0.

Weiterhin sollte das für den Umsatz ausschlaggebende Reaktionsvolumen im Sumpf (1) der Kolonne (oder eigenständigem Reaktionsbehälter bei indirekt aufgesetzter Kolonne) bevorzugt konstant oder nahezu konstant (+/- 10 Vol.%) gehalten werden. Dies lässt sich zu einem dadurch erreichen, dass bei konstantem oder nahezu konstantem (+/- 10 Vol.%) Flüssigkeitsstand im Reaktionsbehälter ein konstanter oder nahezu konstanter (+/- 10 Vol.%) Flüssigkeitsstrom (4) aus dem Reaktionsvolumen (1) ausgeschleust wird. Außerdem sollte bevorzugt die Sumpfabzugsmenge (4) in einem bestimmten Verhältnis zum Zulauf (3) stehen, bevorzugt in einem Verhältnis der Ströme 4 zu 3 im Bereich von 0,01 - 0,30.

Eine zweite Maßnahme ist eine Qualitätskontrolle bezüglich des Acrylsäuregehaltes im organischen Destillat (14). Da das Flüssigkeitsvolumen in dem Reaktionsraum (1) stark auf die wässrige Rücklaufmenge (15) reagiert, wird der Flüssigkeitsstand im Reaktor (1) bevorzugt mittels der Rücklaufmenge (= Rückführmenge) der wässrigen Phase (15) geregelt. Der wässrige Rücklauf gewährleistet, dass die Schwersieder n- bzw. iso-Butylacrylat und das entsprechende Butanol (R-OH) aufgrund der Bildung eines Leichtsiederazeotrops abdestilliert werden können. Der organische Rücklauf gewährleistet, dass die Konzentration der im Reaktor (1) entstandenen Acrylsäure unter der Konzentration von insbesondere 100 ppm bleibt.

Durch die Steuerung der Menge des organischen Rücklaufs (13) können mehrere Effekte kombiniert werden: Reinigen durch Destillieren, Erhöhung der Verweilzeit im Reaktionsraum, Erhöhung der Konzentration an Butanol (R-OH) im Reaktionsraum (1).

Diese Regelstrategie führt zu einem besonders stabilen Betrieb im Reaktionsbehälter (1) und in der Rektifikationskolonne (6).

In einer bevorzugten Ausführungsform (vgl. Figur 2) ist im erfindungsgemäßen Verfahren in der Rektifikationskolonne (6) mindestens ein Stabilisator (Stabilisator 1) zugegen, der sich in wirksamen Anteilen sowohl in der wässrigen als auch in der organischen Phase löst. Besonders wird ein solcher Stabilisator, wie insbesondere 4HT, oberhalb der obersten theoretischen Trennstufe der Kolonne (6) zugegeben (17). Dadurch ist die gesamte Rektifikationskolonne (6) mit dem Stabilisator stabilisiert.

Weiterhin (vgl. Figur 2) wird im erfindungsgemäßen Verfahren bevorzugt mindestens ein Stabilisator, der sich in wirksamen Anteilen sowohl in der wässrigen als auch in der organischen Phase löst, in den Phasenscheider (12), der das Kondensat (11) auffängt, (18) und/oder in die Leitung eines Quenchkreislaufs (19) und/oder am Kopf des Kondensators (9) zugegeben. Dieser Stabilisator gleicht bevorzugt dem Stabilisator 1 (insb. 4HT). Der bevorzugt eingerichtete Quenchkreislauf (d.h. der flüssige Rückführstrom eines Teils des Kondensats, z.B. 10 bis 50

Gewichtshundertstel des Kondensats, in den Kondensator (9)) hat die Funktion, dass die natürlicherweise stabilisatorfreien Brüden (8) beim Kondensieren im Kondensator (9) besonders ausreichend stabilisiert sind. In der jeweiligen Phase in Lösung befindliche wirksame Stabilisatormengen liegen insgesamt besonders bei ≥ 10 Gew.-ppm, z.B. im Bereich von 10 bis 1000 Gew.-ppm. Wenn sich ein betreffend eingesetzter Stabilisator in der jeweiligen flüssigen Phase nicht vollständig löst, ist er entsprechend suspendiert zugegen. Bei Vorhandensein eines Stabilisators als Suspension in der oder den flüssigen Phasen kann dieser ä priori kaum oder nicht wirksame partikuläre Stabilisatoranteil durch seine Wirkung als Stabilisator-Depot Vorteile bieten, da z.B. im Falle des chemischen Abbaus von gelöstem Stabilisator, wodurch dessen Wirksamkeit verschlechtert wird, weiterer, dann frisch wirksamer Stabilisator aus dem suspendierten Anteil zusätzlich in Lösung geht, was bei geeignet innigem Kontakt der flüssigen Phasen auch phasen-übergreifend eintreten kann und über die Grössenverteilung der Partikel beeinflussbar ist. Die Stabilisatoren können jeweils insbesondere als Lösung in einem geeigneten Lösungsmittel, besonders wie oben aufgeführt, z.B. dem im Verfahren verwendeten Alkohol, Wasser, dem entsprechenden Acrylsäurebutylester, z.B. jeweils als 1 - 5 Gew.-%ige Lösung, eingesetzt werden (z.B. über die Leitungen 17 bzw. 18, Figur 2).

In den Reaktionsbehälter (1) wird vorteilhaft ein Stabilisator 2 (20), insbesondere PTZ, der für höhere Temperaturen geeignet ist, und ein Stabilisator 3 (20) (insbesondere MeHQ) der aufgrund seines höheren Dampfdruckes auch noch den Übergangsbereich zwischen Reaktionsraum und Kolonnenunterteil stabilisiert, zugegeben.

Die Stabilisatoren 2 und 3 können jeweils insbesondere als Lösung in einem geeigneten Lösungsmittel, besonders wie oben aufgeführt, z.B. dem im Verfahren entsprechend gebildeten Acrylsäurebutylester oder in den verwendeten Edukten 3HPA oder Butanol (R-OH) eingesetzt werden (z.B. über die Leitung 20, Figur 2).

Vorteilhaft wird im erfindungsgemäßen Verfahren zusätzlich ein Sauerstoff-haltiges Gas zur Polymerisationsinhibierung eingesetzt. Besonders geeignet sind hierzu Luft/Stickstoff-Gemische, z.B. mit einem Sauerstoffgehalt von 4 bis 9 Vol.-%.

Wird ein Sauerstoff-haltiges Gas zur Polymerisationsinhibierung eingesetzt, so wird dies vorzugsweise am unteren Ende des Verdampfers (2) oder am unteren Ende des Reaktionsraumes (1) zugeführt (vgl. 21 in Figur 2).

Das Anfahren des erfindungsgemäßen Verfahrens umfassend die Umsetzung im Reaktionsbehälter (1) und die Destillation in der Kolonne (6) kann problembehaftet sein, da insbesondere Änderungen der Rücklaufmengen der beiden Ströme 13 und 15 sich stark unterschiedlich auf das Gesamtsystem auswirken.

Änderungen der Menge des wässrigen Rücklaufs (15) wirken sich relativ schnell auf die gebildete Dampfmenge und Änderungen der Menge des organischen Rücklaufs (13) wirken sich relativ langsam auf die Acrylsäurekonzentration im Kopf der Kolonne aus. Aber beide Rücklaufmengen sind nicht unabhängig voneinander. Erfindungsgemäß wurde erkannt: Wenn die genauen Rücklaufmengen nicht gut aufeinander abgestimmt sind, dann kann die Verdampfung zum Erliegen kommen, oder die Kolonne (6) kommt aufgrund zu hoher Dampfmenge zum Flu-

ten. Es ist dann sehr schwierig, das System wieder in den normalen Betriebszustand zu bekommen.

Vorteilhaft wird daher zum Anfahren der Behälter 1 (der Reaktor) zunächst mit entsprechender Menge eines entsprechenden Reaktionsgemisches enthaltend den Acrylsäurebutylester, insbesondere Sumpfprodukt aus einer vorhergehenden Produktionskampagne, oder des entsprechenden Acrylsäurebutylesters befüllt. Dann wird der Sumpf auf Betriebstemperatur (Umsetzungstemperatur) erhitzt und die Zuläufe aus 3HPA, Butanol und Katalysator in Betrieb genommen.

10

Alle Druckangaben beziehen sich auf den Absolutdruck.

Alle ppm-Angaben beziehen sich auf das Gewicht.

15 Beispiele

Beispiel 1a

Figur 1 zeigt ein Ausführungsbeispiel für das erfindungsgemäße Verfahren bis zur Gewinnung des Gemisches enthaltend den Acrylsäurealkylester und den Alkohol.

Die Figur 1 zeigt einen Reaktionsbehälter 1 (= Reaktor), eine Rektifikationskolonne 6 mit trennwirksamen Einbauten. Über eine Zuführungsleitung 3 wird ein Gemisch aus wässriger 3-Hydroxy-propionsäure (3HPA), und Butanol (R-OH) sowie p-Toluolsulfonsäure als Veresterungskatalysator zugeführt. Das gasförmige Reaktionsprodukt wird vom Kopf des Reaktors 1 über eine Leitung 5 einer Rektifikationskolonne 6 zugeführt. Die am unteren Teil des Reaktors 1 vorgesehene Leitung 4 dient der Entsorgung verbliebener Rückstände.

Das aus der Reaktionszone kontinuierlich in die Rektifikationskolonne 6 strömende Dampfgemisch wird dort rektifiziert, und das vom Kopf dieser Rektifikationskolonne 6 über die Leitung 8 abströmend, den zu bildenden Zielester enthaltende wässrige Azeotrop, das überwiegend aus Acrylat, Alkohol und Wasser besteht, wird einem Kondensator 9, der gegebenenfalls durch einen Nachkühler ergänzt wird, zugeführt und darin teilweise kondensiert. Der nicht kondensierte Anteil aus dem Kondensator 9 enthält die niedersiedenden Verunreinigungen und wird dampfförmig als Strom 10 abgezogen.

Das Kondensat strömt über eine Leitung 11 in einen Flüssig-Flüssig-Phasenscheider 12. Dort scheidet sich das Azeotrop in eine wässrige und in eine organische Phase. Die wässrige Phase, die hauptsächlich aus Wasser und etwas Alkohol und Acrylat besteht, wird teilweise über die Leitung 15 dem Kopf der Rektifikationskolonne 6 zugeführt, um die rektifikatorische Trennung wie auch die Azeotropbildung der dort aufsteigenden Dämpfe zu bewirken. Ein weiterer Teil wird über Leitung 16 zur Abstrippung von Alkohol entnommen. Aus dem Abscheider 12 wird organischer Rücklauf über die Leitung 13 in den Kopf der Rektifikationskolonne 6 eingeführt, um die Acrylsäure zurückzudrängen.

Am unteren Kolonnenende wird die Flüssigkeit 7 in einem Verdampfer 2 teilweise verdampft und über die Rohrleitung 5 in die Kolonne zurückgeführt. Ein Teilstrom 4, der die höhersiedenden Verunreinigungen enthält, wird abgezogen. Der Verdampfer 2 kann als beheizbarer Behälter, als Naturumlaufverdampfer oder als Zwangsumlaufverdampfer ausgebildet sein, im letzteren Fall ist zusätzlich eine Umlaufpumpe für den Flüssigkeitsstrom 4 erforderlich. Besonders vorteilhaft hinsichtlich der Vermeidung unerwünschter Polymerisationsreaktionen ist ein Zwangsumlaufentspannungsverdampfer einzusetzen, da mit dieser Bauart keine Verdampfung an den beheizten Flächen stattfindet.

10

Beispiel 1b

Die Fahrweise wird anhand der Daten aus einer thermodynamischen Simulation einer Gesamtanlage zur Herstellung von Butylacrylat dargestellt.

15 Die thermodynamische Simulation des Prozesses wurde mit der Software Aspen Plus® (kurz: Aspen) durchgeführt. Aspen ist eine umfangreiche Simulationssoftware, die zur Modellierung, Simulation und Optimierung chemischer Verfahren und Anlagen in der Industrie eingesetzt wird. Aspen verfügt über umfangreiche Modell-Datenbanken zur Modellierung der Basisoperationen sowie über Stoffdatenbanken für die Stoffeigenschaften vieler verschiedener Substanzen. Die
20 Eigenschaften von Mischungen werden von Aspen mit Hilfe von unterschiedlichen thermodynamischen Modellen aus den Stoffdaten der reinen Substanzen berechnet.

Die thermodynamische Simulation der Gesamtanlage führte zu folgenden Ergebnissen:

Über eine Zuführungsleitung 3 wird folgendes Gemisch dem Reaktor 1 zugeführt:

25 wässrige 3-Hydroxy-propionsäure (3HPA): 1000 g/h

n-Butanol: 953 g/h

p-Toluolsulfonsäure: 4 g/h

Über eine Zuführungsleitung 20 wird folgendes Gemisch dem Reaktor 1 zugeführt:

30 n-Butanol: 9,8 g/h

MeHQ: 0,1 g/h

PTZ: 0,1 g/h

Über eine Zuführungsleitung 21 wird ein Sauerstoff-haltiges Gas dem Reaktor 1 zugeführt:

35 Stickstoff: 9,5 l/h

Sauerstoff: 0,5 l/h

Die wässrige 3-Hydroxy-propionsäure hat folgende Zusammensetzung:

40 Wasser: 20 Gew.-%

3-Hydroxy-propionsäure: 80 Gew.-%

Essigsäure: < 0,01 Gew.-%

Über eine Zuführungsleitung 18 wird folgendes Gemisch dem Phasenscheider 12 zugeführt:

Wasser:	9,9 g/h
4HT:	0,1 g/h

5

Die Umsetzung wird bei einer Temperatur von 150 °C, einem Druck von 1 bar und einer Verweilzeit von 2 h durchgeführt.

10 Aus dem Flüssig-Flüssig-Phasenscheider 12 werden 217 g/h der organischen Phase als Rücklauf über die Leitung 13 zur Kolonne 6 zurückgefahren und 1444 g/h über die Leitung 14 als organisches Destillat abgezogen.

Die organische Phase hat folgende Zusammensetzung:

Wasser:	7 Gew.-%
n-Butanol:	23 Gew.-%
15 n-Butylacrylat:	70 Gew.-%
Acrylsäure:	< 0,01 Gew.-%
n-Butylacetat:	< 0,01 Gew.-%
4HT:	< 0,01 Gew.-%

20 Aus dem Flüssig-Flüssig-Phasenscheider 12 werden 425 g/h der wässrigen Phase als Rücklauf über die Leitung 15 zur Kolonne 6 zurückgefahren und 425 g/h über die Leitung 16 als wässriges Destillat abgezogen.

Die wässrige Phase hat folgende Zusammensetzung:

Wasser:	95 Gew.-%
25 n-Butanol:	3 Gew.-%
n-Butylacrylat:	2 Gew.-%
Acrylsäure:	< 0,01 Gew.-%
n-Butylacetat:	< 0,01 Gew.-%
4HT:	< 0,01 Gew.-%

30

Am unteren Teil des Reaktors wird über die Leitung 4 108 g/h als flüssiger Rückstand abgezogen.

Der Rückstand hat folgende Zusammensetzung:

35 Wasser:	1 Gew.-%
n-Butanol:	3 Gew.-%
n-Butylacrylat:	16 Gew.-%
Acrylsäure:	3 Gew.-%
n-Butylacetat:	< 0,01 Gew.-%
40 Schwersieder:	77 Gew.-%
MeHQ:	< 0,1 Gew.-%
PTZ:	< 0,1 Gew.-%

4HT: < 0,01 Gew.-%

Die organische Phase kann dann nach den bekannten Verfahrensschritten (insbesondere gemäß EP 765 859 A 1 (BASF AG), vgl. oben Seite 8) zum Reinprodukt n-Butylacrylat aufgearbeitet werden.

Das Reinprodukt hat folgende Zusammensetzung:

Wasser: < 0,01 Gew.-%

n-Butanol: < 0,01 Gew.-%

n-Butylacrylat: > 99,5 Gew.-%

Acrylsäure: < 0,01 Gew.-%

n-Butylacetat: < 0,01 Gew.-%

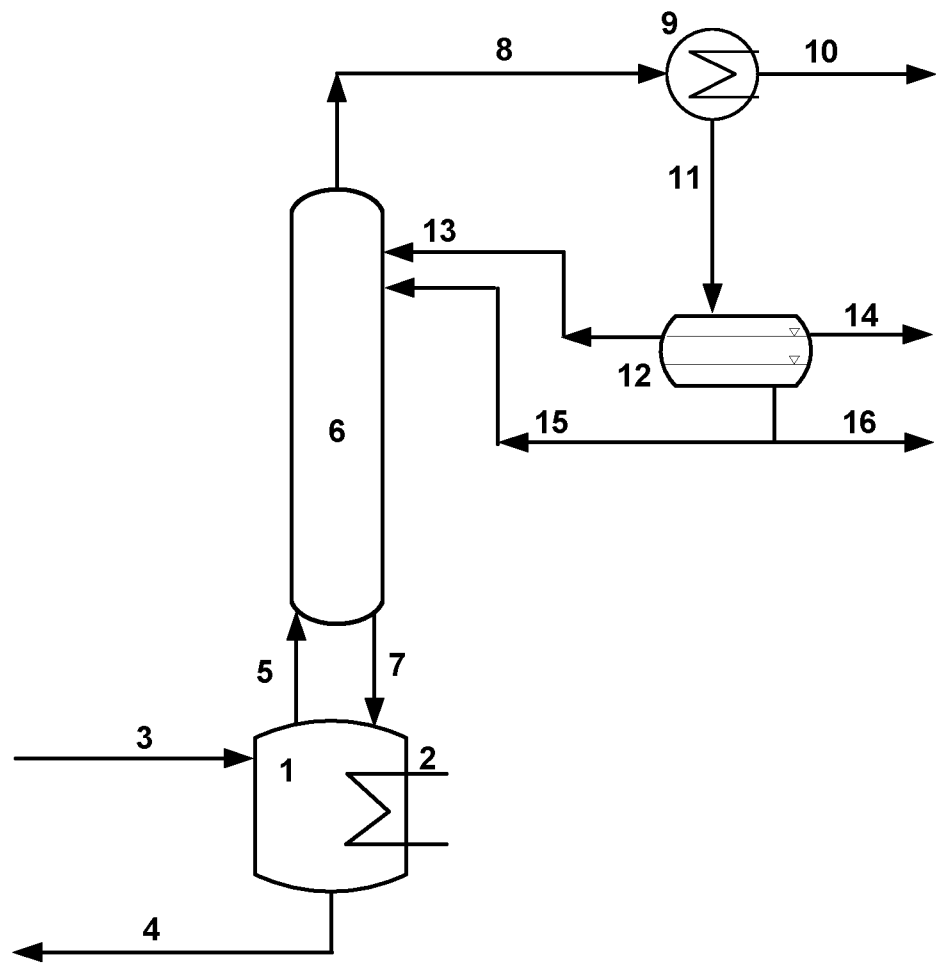
Das Beispiel belegt beispielhaft die vorteilhaften Eigenschaften bezüglich des geringen n-Butylacetatgehaltes im Reinprodukt.

Patentansprüche

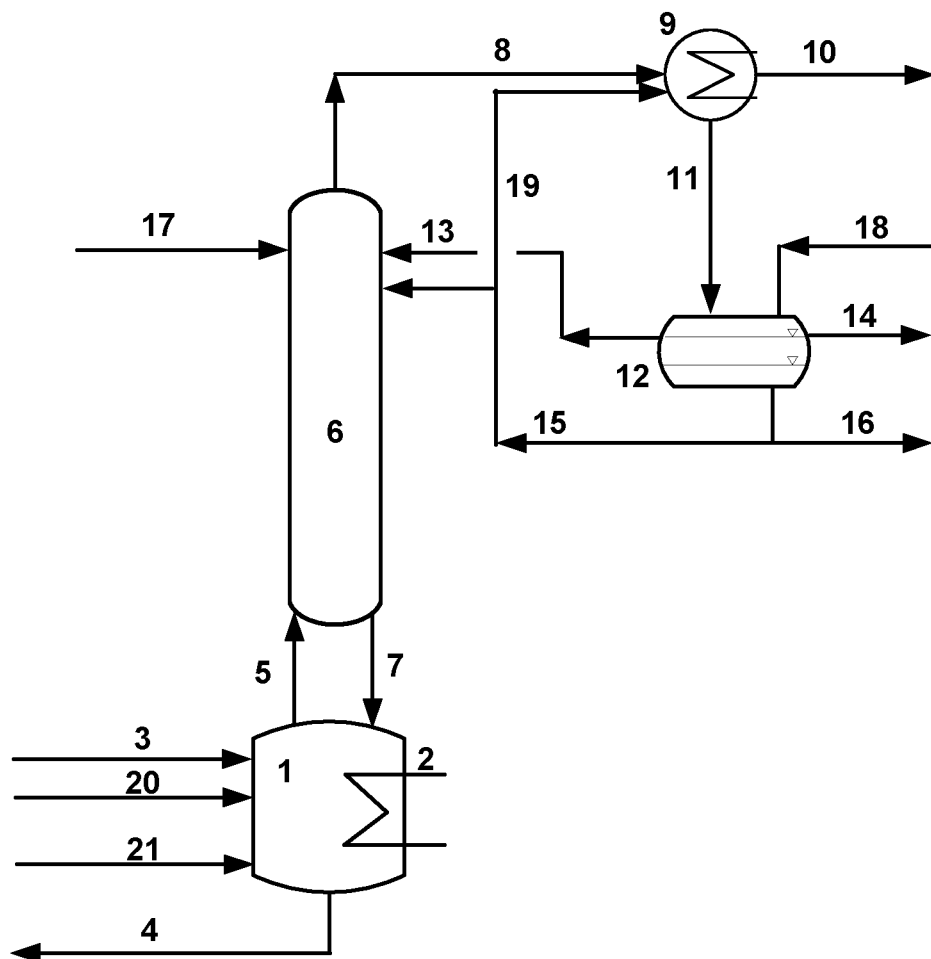
1. Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung eines Acrylsäurebutylesters $\text{H}_2\text{C}=\text{CH}-\text{C}(=\text{O})\text{OR}$, mit $\text{R} = \text{n-Butyl}$ oder iso-Butyl , dadurch gekennzeichnet, dass man wässrige 3-Hydroxy-propionsäure unter dehydratisierenden und veresternden Bedingungen in Gegenwart des entsprechenden Butanols R-OH in einem Reaktor mit Rektifikationskolonne umsetzt und gebildeten Acrylsäurebutylester, unumgesetztes Butanol sowie eingesetztes und gebildetes Wasser als ternäres Azeotrop über Kopf abdestilliert, nach Scheidung in eine jeweils flüssige wässrige und organische Phase die wässrige und die organische Phase jeweils zumindest teilweise ausschleust und die organische Phase, enthaltend den Acrylsäurebutylester und das Butanol, destillativ auftrennt.
2. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der eingesetzten 3-Hydroxy-propionsäure um biobasierte 3-Hydroxy-propionsäure handelt.
3. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, dadurch gekennzeichnet, dass die biobasierte 3-Hydroxy-propionsäure durch Fermentation hergestellt wurde.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das molare Einsatzverhältnis von Butanol R-OH zu 3-Hydroxy-propionsäure ≥ 1 beträgt.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die dehydratisierenden und veresternden Bedingungen dadurch gekennzeichnet sind, dass eine katalytisch wirksame Menge einer Säure zugegen ist.
6. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei der Säure um Schwefelsäure und/oder eine organische Sulfonsäure handelt.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Umsetzung im Reaktor bei einer Temperatur im Bereich von 80 bis 170 °C erfolgt.
8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Verweilzeit der Reaktanden im Reaktor im Bereich von 1 bis 20 Stunden liegt.
9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Rektifikationskolonne ≥ 5 theoretische Stufen aufweist.
10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck am Kopf der Rektifikationskolonne im Bereich von 0,2 bis 5,0 bar (absolut) liegt.

- 5 11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die destillative Auftrennung der organischen Phase, enthaltend den Acrylsäurebutylester und das Butanol, derart erfolgt, dass in einer Rektifikationskolonne das Butanol abdestilliert und aus der resultierenden Sumpfflüssigkeit in einer weiteren Rektifikationskolonne der Acrylsäurebutylester abdestilliert wird.
- 10 12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das nach der Auftrennung erhaltene Butanol zumindest teilweise zur Umsetzung in den Reaktor zurückgeführt wird.
- 15 13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche zur Herstellung von Acrylsäure-n-butylester, wobei man 3-Hydroxy-propionsäure in Gegenwart von n-Butanol umsetzt.
14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 12 zur Herstellung von Acrylsäure-iso-butylester, wobei man 3-Hydroxy-propionsäure in Gegenwart von iso-Butanol umsetzt.
- 20 15. Verfahren nach Anspruch 13 zur Herstellung von Acrylsäure-n-butylester mit einer Reinheit $\geq 99,0$ Gew.-% und einem Gehalt an n-Butylacetat von ≤ 1000 Gew.-ppm.
- 25 16. Verfahren nach Anspruch 14 zur Herstellung von Acrylsäure-iso-butylester mit einer Reinheit $\geq 99,0$ Gew.-% und einem Gehalt an iso-Butylacetat von ≤ 1000 Gew.-ppm.
17. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass man die Umsetzung in Gegenwart wirksamer Mengen eines Stabilisators oder mehrerer Stabilisatoren durchführt.
- 30 18. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Flüssigkeitsstand im Reaktor mittels der Rücklaufmenge der wässrigen Phase geregelt wird.
- 35 19. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zum Anfahren des Verfahrens der entsprechende Acrylsäurebutylester oder ein entsprechendes Reaktionsgemisch enthaltend den Acrylsäurebutylester im Reaktor vorgelegt wird.
- 40 20. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass sowohl in der Rektifikationskolonne als auch in der nach der Abdestillation resultierenden organischen Phase jeweils mindestens ein Stabilisator zugegen ist, der sich in wirksamen Anteilen sowohl in der wässrigen als auch in der organischen Phase löst.

Figur 1



Figur 2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP2018/071863

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER*C07C 67/54(2006.01)i; C07C'67/08(2006.01)i; C07C 69/54(2006.0X)i; C12P 7/42(2006.01)i*

According to International Patent Classification (IPC) or to both national Classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (Classification System followed by Classification Symbols)

C07C; C12P

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, CHEM ABS Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 03082795 A2 (CARGILL) 09 October 2003 (2003-10-09) cited in the application example 13	1-20
A	WO 2012071 158 AI (ROHM & HAAS) 31 May 2012 (2012-05-31) claim 1; example 1	1-20



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

- “A” document defining the general State of the art which is not considered to be of particular relevance
- “E” earlier application or patent but published on or after the international filing date
- “L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- “O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- “P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive Step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive Step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

04 October 2018

Date of mailing of the international search report

23 October 2018

Name and mailing address of the ISA/EP

European Patent Office
p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk
Netherlands

Telephone No. (+31-70)340-2040

Facsimile No. (+31-70)340-3016

Authorized officer

English, Russell

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/EP2018/071863

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
WO	03082795	A2	09 October 2003	AU	2003223346	AI	13 October 2003
				BR	0308681	A	01 February 2005
				CA	2480152	AI	09 October 2003
				CN	1642897	A	20 July 2005
				CN	1781897	A	07 June 2006
				CN	1789230	A	21 June 2006
				CN	1800135	A	12 July 2006
				EP	1487775	A2	22 December 2004
				JP	6092935	B2	08 March 2017
				JP	6224570	B2	01 November 2017
				JP	2005521718	A	21 July 2005
				JP	2010006819	A	14 January 2010
				JP	2013209378	A	10 October 2013
				JP	2015083568	A	30 April 2015
				JP	2015187129	A	29 October 2015
				US	2005221457	AI	06 October 2005
				US	2009298144	AI	03 December 2009
				US	2013150616	AI	13 June 2013
				US	2014364643	AI	11 December 2014
				WO	03082795	A2	09 October 2003
WO	2012071 158	AI	31 May 2012	BR	112013012674	A2	13 September 2016
				CN	103221379	A	24 July 2013
				EP	2643288	AI	02 October 2013
				JP	6030564	B2	24 November 2016
				JP	2014506235	A	13 March 2014
				KR	20140003445	A	09 January 2014
				SG	190284	AI	28 June 2013
				TW	201229029	A	16 July 2012
				US	2013245309	AI	19 September 2013
				WO	2012071158	AI	31 May 2012

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2018/071863

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES INV. C07C67/54 C07C67/08 C07C69/54 C12P7/42 ADD.		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
B. RECHERCHIERTE GEBIETE Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) C07C C12P		
Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal , WPI Data, CHEM ABS Data		
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	wo 03/082795 A2 (CARGI LL) 9. Oktober 2003 (2003-10-09) in der Anmeldung erwähnt Bei spi el 13 -----	1-20
A	wo 2012/071158 AI (ROHM & HAAS) 31. Mai 2012 (2012-05-31) Anspruch 1; Bei spi el 1 -----	1-20
<div style="display: flex; justify-content: space-between; align-items: center;"> <div> <input type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen </div> <div> <input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie </div> </div>		
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p>* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :</p> <p>"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</p> <p>"E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</p> <p>"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</p> <p>"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</p> </div> <div style="width: 45%;"> <p>"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</p> <p>"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</p> <p>"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</p> <p>"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p> </div> </div>		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche <div style="text-align: center; font-size: 1.2em;">4. Oktober 2018</div>		Absendedatum des internationalen Recherchenberichts <div style="text-align: center; font-size: 1.2em;">23/10/2018</div>
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Bevollmächtigter Bediensteter <div style="text-align: center; font-size: 1.2em;">Engl i sh , Russel l</div>

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2018/071863

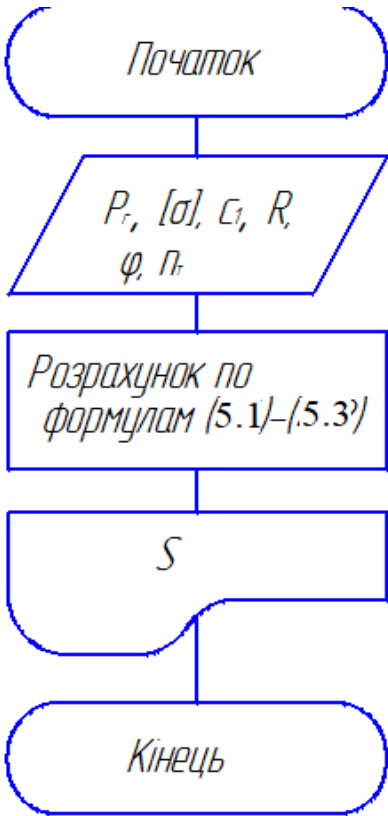
Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 03082795 A2	09-10-2003	AU 2003223346 AI	13-10-2003
		BR 0308681 A	01-02-2005
		CA 2480152 AI	09-10-2003
		CN 1642897 A	20-07-2005
		CN 1781897 A	07-06-2006
		CN 1789230 A	21-06-2006
		CN 1800135 A	12-07-2006
		EP 1487775 A2	22-12-2004
		JP 6092935 B2	08-03-2017
		JP 6224570 B2	01-11-2017
		JP 2005521718 A	21-07-2005
		JP 2010006819 A	14-01-2010
		JP 2013209378 A	10-10-2013
		JP 2015083568 A	30-04-2015
		JP 2015187129 A	29-10-2015
		US 2005221457 AI	06-10-2005
		US 2009298144 AI	03-12-2009
		US 2013150616 AI	13-06-2013
		US 2014364643 AI	11-12-2014
		WO 03082795 A2	09-10-2003

WO 2012071158 AI	31-05-2012	BR 112013012674 A2	13-09-2016
		CN 103221379 A	24-07-2013
		EP 2643288 AI	02-10-2013
		JP 6030564 B2	24-11-2016
		JP 2014506235 A	13-03-2014
		KR 20140003445 A	09-01-2014
		SG 190284 AI	28-06-2013
		TW 201229029 A	16-07-2012
		US 2013245309 AI	19-09-2013
		WO 2012071158 AI	31-05-2012

Додаток В
Розрахунок еліптичного днища

					ЛН51.066233.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

Блок-схема алгоритму розрахунку еліптичного днища



Таблиця ідентифікаторів програми розрахунку еліптичного днища

Таблиця В –Таблиця ідентифікаторів

Назва	Позначення	Розмірність	Ідентифіка- тор
1 Розрахунковий тиск	P_r	МПа	P_r
2 Пробний тиск	P_n	МПа	P_n
3 Допустимий тиск	P	МПа	P_{dop}
4 Допустиме напруження	$[\sigma]$	МПа	σ
5 Допустиме напруження при 20°C	$[\sigma]^{20}$	МПа	σ_{l1}
6 Радіус	R	м	R
7 Товщина стінки	S	м	S
8 Коефіцієнт міцності зварного шва	φ	-	φ
9 Додаток до товщини стінки	c	м	c
10 Границя плинності	n_T	-	n_t

Програма розрахунку еліптичного днища під дією внутрішнього

надлишкового тиску		ЛН51.066233.000 ПЗ			Арк.
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата	

CLS

INPUT "Tuck="; P

INPUT "Diametr="; D

INPUT "Dopystuminaprygenny="; Sigma

INPUT "Dopystuminaprygennynpu 20 C="; Sigma1

INPUT "Dodatok="; C

INPUT "Koef. zvarного shva="; fi

INPUT "Gran. plunnosti="; nt

$P_n = 1.25 * P * Sigma1 / Sigma$

$K = 1.35 * P * Sigma1 / Sigma$

$Sigma1 = Sigma / nt$

$Sr1 = P * D / (2 * Sigma * fi - P)$

$Sr2 = P_n * D / (2 * Sigma1 * fi - P_n)$

IF $P_n < K$ THEN $Sr = Sr1$ ELSE IF $Sr1 > Sr2$ THEN $Sr = Sr1$ ELSE $Sr = Sr2$

$S1 = Sr + C$

$S = INT(S1)$

IF $S < .006$ THEN $S = .006$

20 :

IF $(S - C) / D <= .1$ THEN $P_{dop} = 2 * Sig * fi * (S - C) / (D + S - C)$ ELSE

GOTO 10

IF $P > P_{dop}$ THEN $S = S + .001$: GOTO 20

PRINT "S="; S

PRINT "Pdop="; Pdop

10 :

END

Виведення результатів:

$S=0.006$

ЛН51.066233.000 ПЗ

Арк.

Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

Pdop=2.67

					ЛН51.066233.000 ПЗ	Арк.
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

Додаток Г
Публікації автора

					ЛН51.066231.000 ПЗ	Арк.
						110
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

СПИСОК НАУКОВИХ ПРАЦЬ

студента кафедри машин та апаратів хімічних і нафтопереробних виробництв

Рудницького Богдана Анатолійовича

1 Заявка и 201812775, МПК В01D3/20, В01D3/22. Тунельно ковпачкова тарілка масо обмінного апарату / Рудницький Б.А. , Двойнос Я. Г. // Висновок про видачу деклараційного патенту на корисну модель
Опубл. 19.03.2019.

2 Рудницький Б. А. Модернізація виробництва етиленгліколю / Рудницький Б.А., Двойнос Я. Г. // «Обладнання хімічних виробництв і підприємств будівельних матеріалів»: 1 XXIII всеукраїнська науково-практична конференція студентів, аспірантів і молодих вчених, (Київ, 28-29 листопада 2018р.) : зб. тез доп. –К. : НТУУ«КПІ», 2018р. - С. 23 – 24.

3 Рудницький Б.А. Підвищення ефективності тунельної ковпачкової тарілки масообмінного апарату / Рудницький Б.А., Двойнос Я. Г. // «Обладнання хімічних виробництв і підприємств будівельних матеріалів»: XXIV всеукраїнська науково-практична конференція студентів, аспірантів і молодих вчених, (Київ, 22-23 квітня 2019р.) : зб. тез доп. –К. : НТУУ«КПІ», 2019р. - С. 20 – 21.

					ЛН51.066231.000 ПЗ	Арк.
						110
Змн.	Арк.	№ докум.	Підпис	Дата		

УДК 664.3

МОДЕРНІЗАЦІЯ ВИРОБНИЦТВА ЕТИЛЕНГЛІКОЛЮ

студент Рудницький Б.А., ст.викл., к.т.н.. Двойнос Я.Г.

Національний технічний університет України

"Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського"

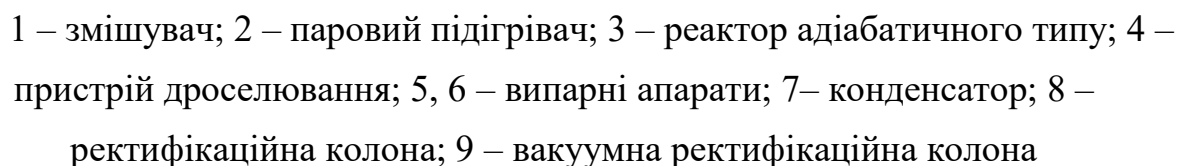
Схему процесу синтезу етиленгліколю зображено на рисунку 1. Синтез проводять без каталізаторів при температурі 200°C під тиском, що забезпечує збереження суміші в рідкому стані. Вихідну шихту готують зі свіжого і оборотного водного конденсату та оксиду етилену [1].

Оксид етилену, свіжий і оборотний конденсат подають під тиском в змішувач 1, потім в паровий підігрівач 2. Там шихта нагрівається до $130\text{-}150^{\circ}\text{C}$ і надходить в реактор 3 адіабатичного типу. Суміш проходить спочатку по нейтральній трубі апарату і додатково підігрівається гарячою реакційною масою, що знаходиться в обсязі реактора, де і протікає утворення продуктів. Крім етиленгліколю, та дітриєтиленгліколю, побічно виходять ацетальдегіди (за рахунок ізомеризації оксиду етилену) і продукти його ущільнення. Після виходу з реактора рідина, нагріта до 200°C дроселюється в пристрої 4 до атмосферного тиску, з випаровуванням частини води, а рідина охолоджується до $105\text{-}110^{\circ}\text{C}$.

Суміш надходить в апарат 5, що є першою сходинкою багатокорпусної випарної установки, ступені якої працюють при все більш глибокому вакуумі (аж до 133 Па) і обігріваються за рахунок сокової пари з попереднього апарату.

Пара з останньої ректифікаційної колони конденсується і повертається до змішувача, а рідина потрапляє до ректифікаційної колони 8, де розділяється, – етиленгліколь збирається у дефлегматорі, а дієтиленгліколь збирається у кубі колони. Ці продукти також представляють велику цінність, і їх поділяють на додатковій вакуумній ректифікаційній установці 9.

Температура кипіння етиленгліколю становить $197,3^{\circ}\text{C}$ за нормальних умов, тому основні енерговитрати при виробництві пов'язані з процесом ректифікації, а конструкція апарату має містити елементи для збереження та регенерації тепла.



Така замкнута система для двох ректифікаційних колон дозволить запобігти втратам тепла у навколишнє середовище, та використати дистильовану і деаеровану оборотну воду. Температурний напір у кип'ятильнику другої ректифікаційної колони достатній, оскільки вона працює на суміші діетиленгліколю з триетиленгліколем під розрідженням.

1. Гликоли и другие производные окисей этилена и пропилена / О.Н. Дымент и др., под общ. ред. О.Н. Дымент – М.: Химия, 1976.

УДК 664.3

ПІДВИЩЕННЯ ЕФЕКТИВНОСТІ ТУНЕЛЬНОЇ КОВПАЧКОВОЇ ТАРІЛКИ МАСООБМІННОГО АПАРАТУ

студент Рудницький Б.А., ст.викл., к.т.н. Двойнос Я.Г.

Національний технічний університет України

"Київський політехнічний інститут ім. Ігоря Сікорського"

Сучасним та ефективним контактним пристроєм масообмінного колонного апарату є тунельна ковпачкова тарілка, наприклад конструкція фірми «Уніфлюкс», США [1, стор. 503].

Відомі ковпачкові тунельні тарілки широко використовуються у нафтопереробній та хімічній промисловості. Ці тарілки збираються з S подібних елементів, які утворюють канали для рідини та пари. Така конструкція тарілки досить ефективна в експлуатації, але складна у виготовленні, монтажі та ремонті через необхідність встановлення для герметизації кінцевих та проміжних пластин у S подібні елементи з метою запобігання вільному виходу пари з торців елементів.

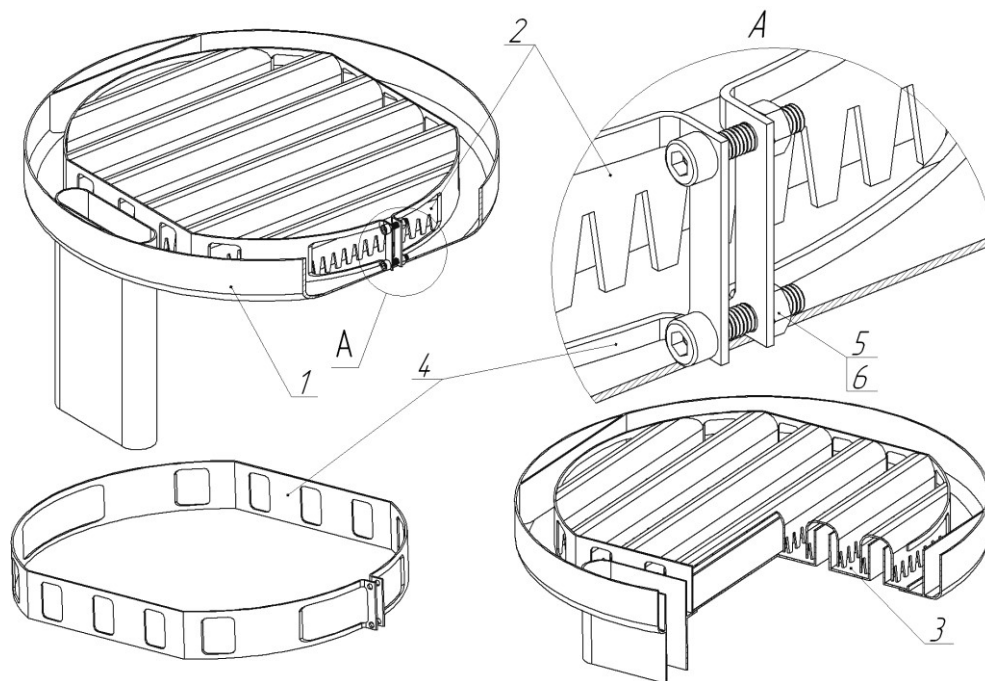
Відома модернізація конструкції тарілки масообмінного апарату з S – подібними ковпачками [2], суть якої полягає у герметизації поздовжніх елементів з торців для запобігання виходу пари. Ця конструкція тарілки дозволяє спростити герметизацію поздовжніх каналів для газів з торців, але кожен елемент вимагає індивідуального виготовлення, і монтажу.

Для ректифікації етиленгліколю запропоновано вдосконалити тунельну ковпачкову тарілку масообмінного апарату з метою більш повного використання площі тарілки, та спрощення її конструкції. Поставлена задача вирішується тим, що в конструкції тунельної ковпачкової тарілки масообмінного апарату, рисунок 1, що містить корпус з переливним пристроєм та поздовжні елементи, кінцеві пластини замінено на хомут, який має отвори для перетоку рідини і натягується болтовим з'єднанням.

Використання тунельної ковпачкової тарілки масообмінного апарату з даними відмітними ознаками забезпечує покращену торцеву герметизацію каналів руху пари, та дозволяє виконати поздовжні елементи різної довжини, що збільшує робочу поверхню тарілки.

Тунельна ковпачкова тарілка масообмінного апарату працює у такий

спосіб. Рідина з верхньої тарілки потрапляє в тунельну ковпачкову тарілку масообмінного апарату, та рухається у каналах, що утворюються повздовжніми елементами для барботажу рідини 2 до переливного пристрою. Пара з нижньої сторони тунельної ковпачкової тарілки масообмінного апарату потрапляє у канали, що утворюються повздовжніми елементами для підводу пари 3, та проходить через рідину у вигляді бульбок через щілини на повздовжніх елементах для барботажу рідини 2. Хомут запобігає виходу пари з торців.



1 – корпус з переливним пристроєм; 2 – повздовжні елементи для барботажу рідини; 3 – повздовжні елементи для підводу пари;
4 – хомут; 5 – болти; 6 – гайки

Рисунок 1 – Тунельна ковпачкові тарілка масообмінного апарату.

Пропонована конструкція тунельної ковпачкової тарілки масообмінного апарату нескладна у виготовленні та експлуатації, дозволяє більш повно використовувати площу тарілки, та спрощує її конструкцію.

Джерела інформації:

1. Рейхсфельд В.О., Еркова Л.Н. Оборудование производств основного органического синтеза и синтетических каучуков. Л.: Химия, 1965. – 624 с.
2. Патент РФ №2246336 (RU) МПК В01D 3/20, 3/22 Тарелка для контакта газов с жидкостями. Заяв. RU2002124587/15А от 16.02.2001, опубл. 20.02.2005, бюл. №5.

ТУНЕЛЬНА КОВПАЧКОВА ТАРІЛКА МАСООБМІННОГО АПАРАТУ

Корисна модель належить до контактних пристроїв масообмінних колонних апаратів, а саме – до ковпачкових тунельних тарілок і може бути використана в хімічній, нафтопереробній, харчових галузях промисловості.

Відомі ковпачкові тунельні тарілки фірми «Уніфлюкс», США [1, стор. 503], які широко використовуються у нафтопереробній та хімічній промисловості. Ці тарілки збираються з S подібних елементів, які утворюють канали для рідини та пари. Така конструкція тарілки досить ефективна в експлуатації, але складна у виготовленні, монтажі та ремонті через необхідність встановлення для герметизації кінцевих та проміжних пластин у S подібні елементи з метою запобігання вільному виходу пари з торців елементів.

Найбільш близьким за технічною суттю до пропонованої корисної моделі є тарілка для контакту газів з рідинами [2], яка містить поздовжні елементи, та зливний стакан, який являє собою не менше двох пластин, що закривають поздовжні канали з торців для запобігання виходу газів з торців елементів.

Ця конструкція тарілки дозволяє спростити герметизацію поздовжніх каналів для газів з торців, але кожен елемент вимагає індивідуального виготовлення, і монтажу.

В основу корисної моделі покладено задачу вдосконалити тунельну ковпачкову тарілку масообмінного апарату з метою більш повного використання площі тарілки, та спрощення її конструкції.

Поставлена задача вирішується тим, що в конструкції тунельної ковпачкової тарілки масообмінного апарату, що містить корпус з переливним пристроєм та поздовжні елементи, кінцеві пластини замінено на хомут, який має отвори для перетоку рідини і натягується болтовим з'єднанням.

Використання тунельної ковпачкової тарілки масообмінного апарату з даними відмітними ознаками забезпечує покращену торцеву герметизацію каналів руху пари, та дозволяє виконати поздовжні елементи різної довжини, що збільшує робочу поверхню тарілки.

Суть корисної моделі пояснюється кресленням, на якому зображено тунельну ковпачкову тарілку масообмінного апарату та хомут для герметизації торців поздовжніх елементів. На фігурі зображено тунельну ковпачкову тарілку

масообмінного апарату, що містить корпус з переливним пристроєм 1, повздовжні елементи для барботажу рідини 2, повздовжні елементи для підводу пари 3, хомут для ущільнення торців каналів руху пари 4, болти 5, гайки 6 для забезпечення натягу хомута.

Тунельна ковпачкова тарілка масообмінного апарату працює у такий спосіб. Рідина з верхньої тарілки потрапляє в тунельну ковпачкову тарілку масообмінного апарату, та рухається у каналах, що утворюються повздовжніми елементами для барботажу рідини 2 до переливного пристрою. Пара з нижньої сторони тунельної ковпачкової тарілки масообмінного апарату потрапляє у канали, що утворюються повздовжніми елементами для підводу пари 3, та проходить через рідину у вигляді бульок через щілини на повздовжніх елементах для барботажу рідини 2. Хомут запобігає виходу пари з торців.

Пропонована конструкція тунельної ковпачкової тарілки масообмінного апарату нескладна у виготовленні та експлуатації, дозволяє більш повно використовувати площу тарілки, та спрощує її конструкцію.

Джерела інформації:

1. Рейхсфельд В.О., Еркова Л.Н. Оборудование производств основного органического синтеза и синтетических каучуков. Л.: Химия, 1965. – 624 с.
2. Патент РФ №2246336 (RU) МПК В01Д 3/20, 3/22 Тарелка для контакта газов с жидкостями. Заяв. RU2002124587/15А от 16.02.2001, опубл. 20.02.2005, бюл. №5.

Заявники:

_____ Б.А. Рудницький

_____ Я.Г. Двойнос

Реферат

Корисна модель належить до контактних пристроїв масообмінних колонних апаратів, а саме – до тунельної ковпачкової тарілки масообмінного апарату і може бути використаний в хімічній, нафтопереробній, харчових галузях промисловості, що містить корпус з переливним пристроєм та повздовжні елементи для барботажу рідини, повздовжні елементи для підводу пари, хомут для ущільнення торців каналів руху пари, болтове з'єднання для забезпечення натягу хомута.

Заявники:

Б.А. Рудницький

Я.Г. Двойнос

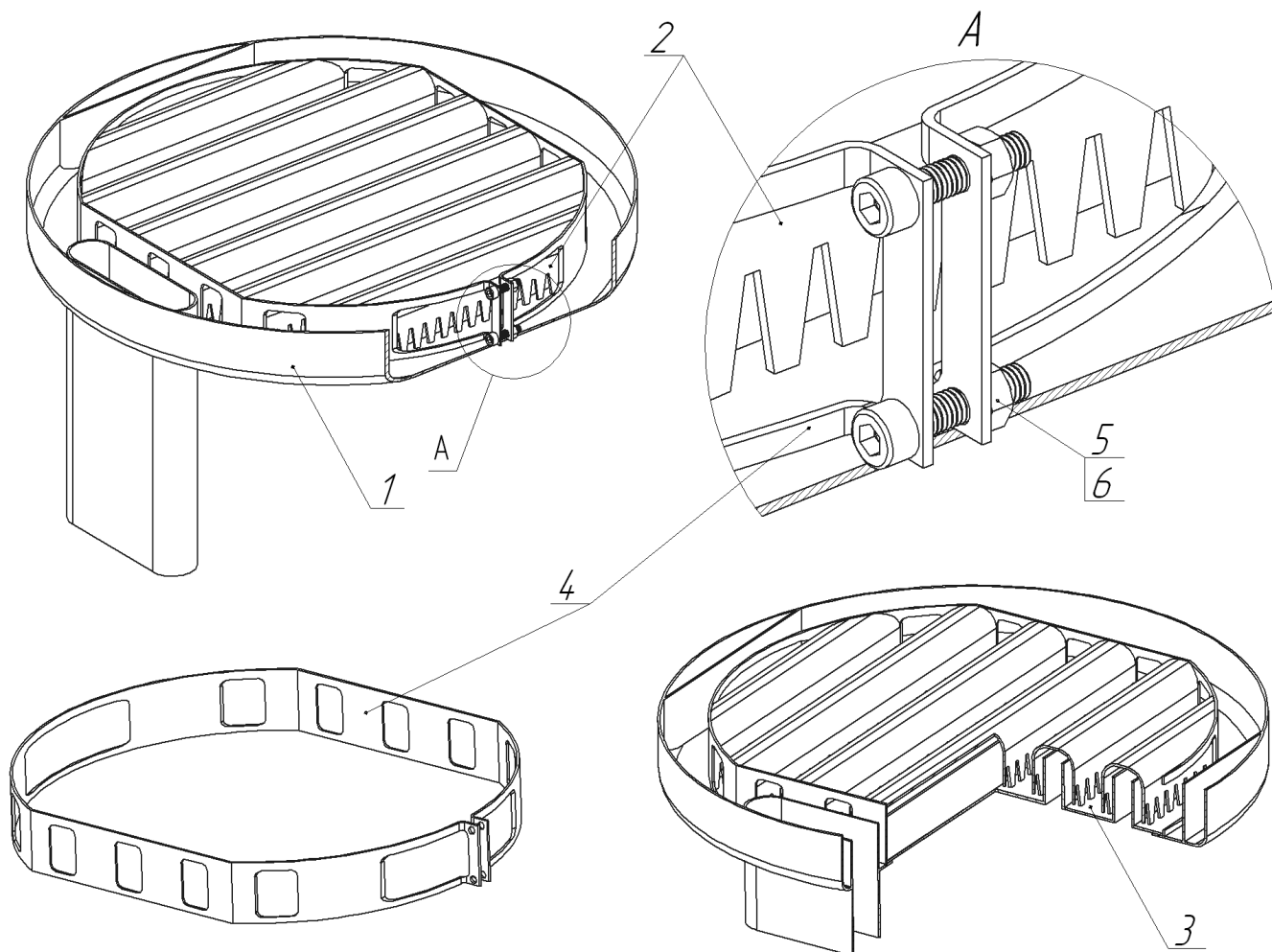
Формула корисної моделі

Тунельна ковпачкова тарілка масообмінного апарату, що містить корпус з переливним пристроєм та повздовжні елементи для барботажу рідини, повздовжні елементи для підводу пари, хомут для ущільнення торців каналів руху пари, болтове з'єднання для забезпечення натягу хомута, який відрізняється тим, що містить хомут для ущільнення торців каналів руху пари, який може бути натягнутий болтовим з'єднанням.

Заявники:

Б.А. Рудницький

Я.Г. Двойнос



Фіг.

Заявники:

_____ Б.А. Рудницький

_____ Я.Г. Двойнос

(22) Дата подання заявки	Пріоритет	(51) МПК	ЕВ	(21) Номер заявки
<input type="checkbox"/> Повідомляю (повідомляємо) про наміри здійснити патентування винаходу (корисної моделі) в іноземних державах				
(86)	Реєстраційний номер і дата подання міжнародної заявки, установлені відомством-одержувачем			
(87)	Номер і дата міжнародної публікації міжнародної заявки			
З А Я В А про видачу патенту України		МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ Державний департамент інтелектуальної власності Державне підприємство “Український інститут промислової власності” вул. Глазунова, 1, м.Київ-42, МСП 01601, Україна		
Подаючи нижчезазначені документи, прошу (просимо) видати <input type="checkbox"/> патент України на винахід <input checked="" type="checkbox"/> патент України на корисну модель				
(71) Заявник(и)			Код за ЄДРПОУ (для українських заявників)	
РУДНИЦЬКИЙ Богдан Анатолійович ДВОЙНОС Ярослав Григорович				
(зазначається повне ім'я або найменування заявника(ів), його (їх) місце проживання або місцезнаходження та код держави згідно із стандартом VOIB СТ.3. Дані про місце проживання винахідників-заявників наводяться під кодом 72)				
Прочу (просимо) встановити пріоритет <input type="checkbox"/> заявки <input type="checkbox"/> пунктів формули винаходу за заявкою № _____ за датою: <input type="checkbox"/> подання попередньої заявки в державі-учасниці Паризької конвенції (навести дані під кодами 31, 32, 33)) <input type="checkbox"/> надходження до Установи попередньої заявки, з якої виділено цю заявку (навести дані за кодом 62)) <input type="checkbox"/> надходження до Установи попередньої заявки (навести дані за кодом 66))				
(31) Номер попередньої заявки	(32) Дата подання попередньої заявки	(33) Код держави подання попередньої заявки згідно із стандартом VOIB СТ.3.	(62) Номер і дата подання до Установи попередньої заявки, з якої виділено цю заявку	(66) Номер і дата подання до Установи попередньої заявки
(54) Назва винаходу (корисної моделі) <div style="text-align: center;"> ТУНЕЛЬНА КОВПАЧКОВА ТАРИЛКА МАСООБМІННОГО АПАРАТУ </div>				
(98) Адреса для листування 03038 Київ, вул. М. Амосова буд. 14, кв. 7 <div style="text-align: center;">ДВОЙНОСУ Ярославу Григоровичу</div> Телефон Телеграф (044)-270-27-16 Факс				
(74) Повне ім'я та реєстраційний номер представника у справах інтелектуальної власності або повне ім'я іншої довіреної особи				

☒ Прошу (просимо) прискорити публікацію заявки

Перелік документів, що додаються	Кількість арк.	Кількість прим.	Підстави щодо виникнення права на подання заявки й одержання патенту (без подання докумен- тів), якщо винахідник(и) не є заявником(ами): <input type="checkbox"/> є документ про передачу прав винахідником(ами) або роботодавцем(ями) правонаступнику(ам) <input type="checkbox"/> є документ про право спадкування		
<input checked="" type="checkbox"/> опис винаходу <input checked="" type="checkbox"/> формула винаходу <input checked="" type="checkbox"/> креслення та інші ілюстративні матеріали <input checked="" type="checkbox"/> реферат <input checked="" type="checkbox"/> документ про сплату збору за подання заявки <input type="checkbox"/> документ, який підтверджує наявність підстав для зменшення збору або звільнення від сплати збору <input type="checkbox"/> документ про депонування штаму <input type="checkbox"/> копія попередньої заявки, яка підтверджує право на пріоритет <input type="checkbox"/> переклад заявки українською мовою <input type="checkbox"/> документ, який підтверджує повноваження довіреної особи (довіреність) <input type="checkbox"/> інші документи: <input type="checkbox"/> міжнародний звіт про пошук	2 1 1 1 1	3 3 3 3 1			
(72) Винахідник(и) Винахідник(и)-заявник(и) (повне ім'я)	Місце проживання та код держави згідно із стандартом ВОІВ СТ.3 (для іноземних осіб – тільки код держави)		Підпис(и) винахідника(ів)- заявника(ів)		
РУДНИЦЬКИЙ Богдан Анатолійович	02034 Київ, вул. Металістів, буд 5, к. 6-14				
ДВОЙНОС Ярослав Григорович	03038 Київ, вул. М. Амосова, буд. 14, кв. 7				
Я (ми), _____ (повне ім'я)					
прошу (просимо) не згадувати мене (нас) як винахідника(ів) при публікації відомостей стосовно заявки на видачу патенту Підпис(и) винахідника(ів)					
Підпис(и) заявника(ів)					
Дата підпису М.П.	Якщо заявником є юридична особа, то підпис, що має на це повноваження, із зазначенням посади скріплюється печаткою. Якщо всі винахідники виступають заявниками, то їхні підписи наводяться за кодом (72)				